UNIVERSIDAD DE GRANADA

DEPARTAMENTO DE INGENIERÍA CIVIL INSTITUTO DEL AGUA

BIORREACTORES DE MEMBRANA APLICADOS AL TRATAMIENTO DE AGUAS RESIDUALES URBANAS: INFLUENCIA DE LA UTILIZACIÓN DE OXÍGENO PURO EN LA AIREACIÓN DEL PROCESO

FRANCISCO ALEJANDRO RODRÍGUEZ ÍÑIGUEZ

TESIS DOCTORAL

Para la obtención del GRADO DE DOCTOR (Doctorado Internacional) POR LA UNIVERSIDAD DE GRANADA

> Directores: ERNESTO HONTORIA GARCÍA JOSÉ MANUEL POYATOS CAPILLA

Editor: Editorial de la Universidad de Granada Autor: Francisco Alejandro Rodríguez Íñiguez D.L.: GR 504-2014 ISBN: 978-84-9028-810-8

UNIVERSIDAD DE GRANADA

DEPARTAMENTO DE INGENIERÍA CIVIL INSTITUTO DEL AGUA

BIORREACTORES DE MEMBRANA APLICADOS AL TRATAMIENTO DE AGUAS RESIDUALES URBANAS: INFLUENCIA DE LA UTILIZACIÓN DE OXÍGENO PURO EN LA AIREACIÓN DEL PROCESO

Memoria presentada por D. Francisco Alejandro Rodríguez Íñiguez para aspirar al grado de Doctor por la Universidad de Granada

Fdo. Francisco Alejandro Rodríguez Íñiguez

Directores:

Fdo. D. Ernesto Hontoria García

Fdo. D. José Manuel Poyatos Capilla

TRIBUNAL DE TESIS

PRESIDENTE		SECRETARIO
Fdo.		Fdo.
VOCAL 1	VOCAL 2	VOCAL 3
Fdo.	Fdo.	Fdo.



AGRADECIMIENTOS

Esta presente tesis no es sólo el esfuerzo de una persona sino del resto que le rodea, motivo por el cual me siento obligado a hacer los siguientes agradecimientos.

En primer lugar agradecer a uno de los responsables de esta tesis y uno de mis directores D. Ernesto Hontoria García, el cual me ha guiado y ayudado a lo largo de estos años, y también por haberme enseñado a pensar. Al ser un proyecto coordinado, tampoco hubiese sido posible sin la participación de D. Jesús González. Por otro lado a D. José Manuel Poyatos Capilla, el otro director de tesis, por apoyarme siempre y darme siempre sabios consejos.

También quiero recordar a todos mis compañeros de laboratorio a los que nombraré por orden alfabético: Alejandro, Ana, Ángela,, Bernabé, Cristina, Jaime, Juan, Juan Carlos, Juanjo, Gloria y al resto, porque de todos he aprendido algo bueno. También a los profesores con los que he compartido mi tiempo y de los que he aprendido siempre cosas interesantes como: Ángel, Miguel Ángel, Montse, Paco Osorio, Paco Rueda y el resto del departamento de Ingeniería Civil. Por supuesto agradecer a mis compañeros del Instituto del Agua: Camino, Kadiya y Patricia.

Agradecer al personal de la depuradora de aguas residuales del Puente de los Vados por ayudarme, en especial a Gustavo, Antonio y Manuel. También agradecer a el personal de Air Liquide, especialmente a Lázaro y a Víctor.

Nombrar aquí a mis amigos por apoyarme incondicionalmente.

Y como no a mi familia: a mi padre Paco, a mi madre Mariví, a mi hermano Luis, a mis padrinos Manolo y Celia, a mis tíos y primos por ser un pilar fundamental en mi vida, pilar en el que siempre me he apoyado cuando lo he necesitado.

Α	Mi mi	fam	ilia

MEMBRANE BIOREACTORS APPLIED TO THE WASTEWATER TREATMENT: INFLUENCE OF THE UTILIZATION OF PURE OXYGEN IN THE AERATION O THE PROCESS

INDEX

1. INTRODUCTION	<u>II</u>
1.1. Kinetic parameters, respirometric method	III
1.2. Monod and kinetic parameters	IV
1.3. α-factor	\overline{VI}
1.4. Nitrification	\overline{VI}
1.5. Sludge production	VIII
2. MATERIALS AND METHODS	VIII
2.1. Physical and chemical determinations	IX
2.2. Determination of the oxygen transfer efficiency (alpha-factor)	X
2.3. Viscosity_	X
2.4. Statistics	XI
2.5. Nitrogen determination	XII
2.6. Simulation	XII
2.7. Sludge removal efficiency	XII
3. RESULTS AND DISCUSSION	XIII
3.1. Alpha-factor versus MLSS and HRT	<u>XV</u>
3.2. Multivariable analysis	
3.3. Kinetic parameters	XVIII
3.4. Multivariable analysis for kinetics parameters	XX
3.5. Nitrogen removal efficiency	XXI
3.6. Kinetics parameters for nitrogen removal	XXIV
3.7. Multivariable analysis for kinetics in nitrogen removal	XXV
3.8. Simulation for nitrogen removal	XXVI
3.9. Sludge removal efficiency using pure oxygen and air	XXVII
3.10 Sludge stabilization	XXIX

1. INTRODUCTION

Among membrane processes, membrane bioreactor (MBR) technology is an innovative and promising option for wastewater treatment and reuse. It has been considered as one of the most favourable processes for water reclamation, with many significant advantages over conventional activated sludge systems (Germain et al., 2007). Combining membrane technology with biological treatment using a membrane bioreactor could be an alternative to the conventional activated sludge process (CAS processes) and could be used for the treatment of both domestic and industrial wastewater (Stephenson et al., 2002). Membrane bioreactor (MBR) systems enable the possibility of improve the conventional activated sludge systems by increasing the volume loading rate of the influent or the organic load that can be treat (Côté et al, 2004). Additionally, the space required for new plants applying MBR systems would be much smaller than the space required for an activated sludge plant due to sedimentation tanks of the CAS process being replaced by membrane filtration. However, these systems significantly decrease the sludge production and improve effluent quality by removal of suspended and colloidal material (Van der Roest et al., 2002).

The treatment of complex industrial effluents needs to operate with an aged activated sludge; CAS processes cannot produce an effluent of high enough quality for reuse at reasonable cost in specific applications, or where the spatial limitations of the area do not permit the size of a conventional process plant, or its amplification (Tazi-pain et al, 2002).

The reuse of treated wastewater is limited due to the prevailing presence of pathogenic microorganisms. MBRs are capable of reducing the number of pathogens since the incorporated ultrafiltration membrane has the capacity to retain bacteria and some types of virus. The use of membranes to remove faecal coliforms increases the quality of the permeate compared to conventional methods such as chlorination, ozonation and ultraviolet radiation due to the byproducts generated, which could possibly be toxic to humans and aquatic organisms, e.g. trihalomethanes (Chow et al, 1979; Cooper et al, 1986; Poyatos et al., 2010).

The MBR main power requirement is for aeration (Rosenberger et al, 2003). Aeration is used to supply dissolved oxygen to the biomass, to maintain solids in suspension and to improve membrane cleaning in submerged MBRs (Germain et al., 2005). The use of pure oxygen instead of air significantly increases the driving force of oxygen mass transfer for aeration.

The objective of these systems is to provide higher gaseous phase oxygen concentrations than air systems, allowing faster treatment rates with higher mixed liquor suspended solids and smaller aeration tanks (Mueller et al, 2002).

Particle concentration, particle size and viscosity are the main parameters characterizing the biomass and they are known to have an effect on oxygen transfer. These three biomass parameters and aeration are interrelated. The aeration intensity affects particle size and viscosity, while the concentration of solids modifies the viscosity. Also mass transfer is influenced by the area of contact between the gas and liquid phases, so particle concentration and particle size affect oxygen transfer

(Germain et al, 2007). Their individual effect on oxygen transfer can be modified by the added effect particle size and mixed liquid suspended solids (MLSS) concentration (Germain et al., 2005).

1.1. Kinetic parameters, respirometric method

The most thoroughly developed method for calculating the kinetics of concentrated biodegradable compounds has been used by a number of researchers (De Lucas et al., 2000). This method consists of a number of batch respirometric tests. The mixed liquor is transferred from a continuous wastewater treatment unit to a respirometer and aerated. When any substrate initially present has been utilized, a constant baseline or OUR, oxygen uptake rate, is attained, the aeration is stopped and a DO probe is inserted into a respirometer; in this study, a fermentor/bioreactor of 2 l was used (Biostat[®] A Plus). The endogenous respiration rate is measured after twelve hours aeration to ensure the endogenous phase has begun. After this phase, 150 ml of substrate with a different COD concentration is added. This causes a temporary increase in the OUR due to cellular metabolism until all of the added substrate has been metabolized. A typical dissolved oxygen evolution for a one-batch test is shown in Figure 1. Figure 1 a) shows the endogenous state without the substrate and Figure 1 b), c), d) and e) shows different concentrations of substrate prepared by dilution of the original wastewater.

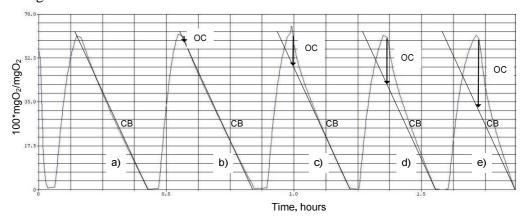


Figure 1. Typical dissolved oxygen trace for a one-batch test (OC, oxygen consumed with respect to the endogenous state; C, concentration of substrate solution; CB, constant baseline). a) Using any substrate. b) Using substrate of concentration C_1 . c) Using substrate of concentration $C_2 > C_1$. d) Using substrate of concentration $C_3 > C_2$. e) Using substrate of concentration $C_4 > C_3$.

The substrate biodegradation rate is assumed to be proportional to the exogenous OUR, which is calculated by subtracting the endogenous OUR from the total OUR after substrate addition (Vanrolleghem et al., 1998). The exogenous OUR was calculated in all batch experiments. The proportionality constant was 1- Y.

The yield was calculated according to equation 1:

$$Y = \frac{\Delta X}{\Delta S} \tag{1}$$

Equation 2 represents an approximation of the numbers of microorganisms:

$$\Delta X = (S_0 - S) + (OC_0 - OC) = S_0 - OC$$
 (2)

where S_0 is the initial substrate concentration, and S is the substrate concentration at the end of the batch experiment: this is supposed to be zero due to microbial activity. The oxygen concentration in the initial moment (OC₀) it is assumed to be zero (Helle, 1999). These simplifications are represented in equation 3, based on the assumption that the substrate that is not oxidized is used for growth, and that all of the added substrate is utilized:

$$Y = \frac{\left(S_0 - OC\right)}{S_0} = 1 - \left(\frac{OC}{S_0}\right) \tag{3}$$

where *OC* represents the oxygen consumed due to the added substrate, and does not include the oxygen used for maintenance or endogenous metabolism.

The ΔOUR (OUR_{exo} - OUR_{endo}) and the amount of oxygen consumed were calculated by drawing best fit lines through the DO trace. This procedure was repeated using a number of different initial substrate concentrations (Figure 2). The bacteria were assumed to immediately reach the metabolic state corresponding to the added substrate concentration. The data is almost universally assumed to follow the Monod model.

1.2. Monod and kinetic parameters

During the steady state operation of wastewater treatment plants, the growth rate of the biomass is balanced by the decay rate and sludge generation. Due to the low substrate concentrations in completely mixed activated sludge reactors, and the corresponding low growth rates, the decay rate will be a significant factor. The decay of bacteria produces soluble and particulate organics, some of which are biodegradable and will be metabolized by the remaining bacteria and some of which are recalcitrant (Helle, 1999; Ribes et al., 2004).

Most of the expressions used to describe the kinetics of microorganisms are based on the Monod model (equation 4):

$$\mu = \mu_{\text{MAX}} \frac{S}{K_M + S} \tag{4}$$

where K_M is Monod's constant, S is the substrate concentration, and μ is the specific growth rate and is defined in equation 5 as follows:

$$\mu = \frac{dX}{dt} \frac{1}{X} \tag{5}$$

where X is the microorganism concentration. The yield is defined as the relationship between the microorganisms and the consumed substrate (equation 6):

$$Y = \frac{dX/dt}{dS/dt} \tag{6}$$

When the substrate concentration is equal to 0, the change in biomass concentration is due solely to microbial decay (equation 7):

$$\frac{dX}{dt} = -k_d X \tag{7}$$

where k_d is the microbial decay coefficient per day. The growth rate is given in equation 8, which is obtained from equations 5, 6 and 7.

$$\mu = \mu_{\text{MAX}} \frac{S}{K_M + S} - k_d \tag{8}$$

A respirometric procedure (Henze et al., 1986) was used to estimate the values of μ_{MAX} (maximum specific growth rate) and K_M . Samples of the biomass (2 l) were removed from the MBR and appropriate dilutions of the biomass were then mixed with the chosen wastewater dilutions to allow various specific respiration rates up to the maximum to be achieved.

A balance to the substrate was used to determinate the hydrolysis constant (Metcalf and Eddy, 2000). The substrate utilization rate is defined in equation 9.

$$r_{su} = \frac{dS}{dt} = \mu_{\text{max}} \frac{S}{K_M + S} \cdot X \tag{9}$$

The substrate utilization rate is the product from the maximum specific growth rate and the concentration of microorganisms when S is much higher than K_M (equation 10):

$$r_{SU} = \mu_{\text{max}} \cdot X_1 \tag{10}$$

The r_{SU} was obtained as the OUR in all batch experiments. Respiration rates can be obtained from collected DO data, as suggested by other authors (Vanrolleghem and Spanjers, 1998).

Once the μ_{MAX} was sobtained from equation 10, the K_M was calculated using an iterative SOLVER method. The initial point is a supposed ΔOUR_{MAX} and then the r_{SU} is calculated. This iterative method was repeated until the quadratic difference between the calculated and the obtained ΔOUR_{MAX} values was minimized. An example from a batch experiment is shown in Figure 2. Figure 2 a) shows an example of a typical difference between experimental and recalculated ΔOUR . Figure 2 b) shows the recalculated ΔOUR_{MAX} using the iterative SOLVER method.

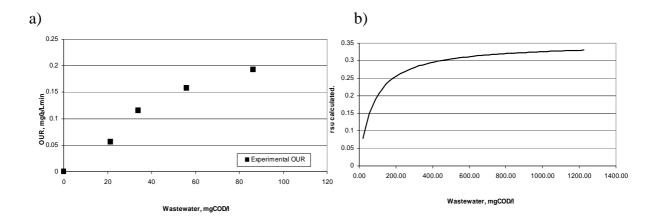


Figure 2. a) Substrate versus experimental oxygen uptake rate (OUR). b) Substrate versus calculated OUR.

For the mass balance to the substrate, the k_H of hydrolysis is defined in equation 11:

$$k_{H} = \frac{r_{su} \cdot (K_{M} + COD)}{COD \cdot MLSSV} \tag{11}$$

where k_H is the hydrolysis coefficient day⁻¹. This was calculated as an average of all experiments days before the respirometric experiment.

1.3. α-factor

The alpha-factor, the ratio of processed water to clean water oxygen mass transfer coefficient ($k_L a$), is important for the design of any aeration device in a wastewater treatment plant. This factor is defined as the ratio between $k_L a$ in the process solution and clean water. It accounts for the effect of process water characteristics on the oxygen transfer coefficient (Henkel et al., 2009).

Both biomass characteristics and the aeration system design impact on oxygen transfer (Mueller et al, 2002). Also, the interrelationships that develop between aeration and various system facets and parameters are complex. These complex relationships are usually accounted for by the alpha-factor (α). In addition, salts and particulates in wastewater both impact on the oxygen transfer rate.

The effect of such constituents is accounted for by the α -factor, a relationship between dissolved oxygen concentration in wastewater and dissolved oxygen concentration in the clean water. This α -factor that includes both salts and particulates impact on the oxygen transfer rate, has less than 0,05% of the whole influence in the efficiency, and only α -factor has been taken into account (Judd, 2006).

1.4. Nitrification

The adverse environmental impacts associated with ammonia nitrogen are the eutrophication, toxicity to aquatic organisms and depletion of dissolved oxygen in receiving water bodies due to bacterial oxidation of ammonia to nitrate. One of the main problems in the discharge of wastewater into the environment is the

eutrophication, the enrichment of a water the water by nutrients can cause eutrophication or excess of nutrients, so plants grow in abundance. Later, when they die, decay and fill the water smells bad, dramatically decreasing its quality (Klees and Silverstein, 1992).

The removal of nitrogen occurs during simultaneous nitrification and denitrification steps (Murat Hocaoglu et al., 2011). The bacteria that perform this reaction obtain energy from itself. Nitrification requires the presence of oxygen; therefore, can happen only in oxygen rich environments, as the water circulating or flowing. The nitrogen cycle of the denitrification process is as follows:

$$NH_4^+ \rightarrow NO_2^- \rightarrow NO_3^- \rightarrow NO_2^- \rightarrow NO \rightarrow N_2O \rightarrow N_2$$

These two processes occur in two separate reactions, nitrifiers microorgnanisms oxidize ammonia to nitrite and the nitrate (phase I) and, under anoxic conditions, hetero-trophic bacteria reduce nitrite and the nitrate to nitrogen gas (phase II) (He et al., 2009).

The model can be calibrated in terms of kinetics parameters that can help in the simulation of biological wastewater treatment to the engineer to understand the system and operate the plant. (Chandran and Smets, 2001)

The expressions commonly used to calculate biomass yield coefficient using a batch respirometry method can be used to estimate the kinetics of nitrifation taking into account the consumed ammonium like a substrate to growth in steady state conditions (Metcalf and Eddy, 2000). In this order the substrate utilization constant ($k_{\rm H}$, hydrolysis constant) and lysis constant ($k_{\rm d}$, decay constant) can be obtained with the equations 12 and 13:

$$r_{su} = k_H \frac{NH_4^+}{K_{M,NH_4^+} + NH_4^+} X \tag{12}$$

$$rg' = \mu_{MAX, NH_4^+} \frac{NH_4^+}{K_{M, NH_4^+} + NH_4^+} X - k_d X$$
 (13)

Where X is the microorganisms concentration and NH_4^+ the ammonium concentration. r_{su} is the substrate utilization rate and r_g ' is the microorganism growth rate. K_{NH4}^+ is the half saturation constant and μ_{MAXNH4}^+ the maximum specific growth rate that must be obtained with a balance to the system following the Monod's model (Baek et al., 2009) (equation 14):

$$\mu_{NH_4^+} = \mu_{\max NH_4^+} \cdot \frac{NH_4^+}{K_{NH_4^+} + NH_4^+}$$
 (14)

This way of obtaining kinetics parameters can be used in the case of nitrate production by equation 15:

$$\mu_{NO_3^-} = \mu_{\max NO_3^-} \cdot \frac{NO_3^-}{K_{NH_4^+} + NO_3^-}$$
 (15)

1.5. Sludge production

The sludge production is an important parameter in wastewater treatment, due to the environment impact. Producing less sludge is of great interest and CASPs have a great production of them. In CASPs the produced sludge are determined by the performance of decanter, that improve of final diluted sludge, and treating them results in an increase in the total performance costs. In this order, some sludge disintegration techniques have been performed to reduce the sludge production like thermal and chemical treatments (Banu et al., 2011; Chu et al., 2009).

MBR process is a process that is known to present a less sludge production due to the higher sludge retention times allowed (Goma et al., 1997).

2. MATERIALS AND METHODS

The pilot-scale experimental plant sampled in this study was the same as that used for previous studies (Poyatos et al, 2010; Molina-Muñoz et al., 2007; Poyatos et al., 2007). A simplified diagram of the plant used is displayed in Figure 1.

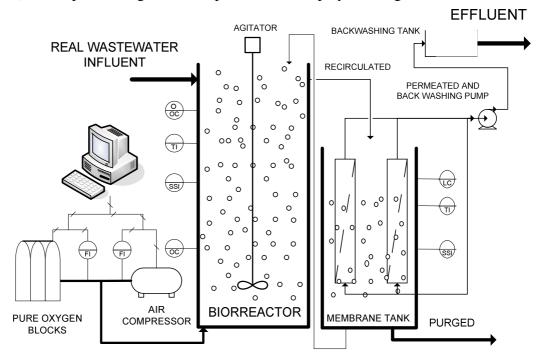


Figure 1. Schematic diagram of the experimental plant used in the study.

The main elements of the experimental plant system were two cylindrical bioreactors; in the first one pure oxygen was introduced (358 l operating volume and 1,85 m height), the second was a cylindrical bioreactor (89 l operating volume) where three Zenon[®] hollow fiber ultrafiltration membrane units (2,79 m² and of 0,04 μ m pore size) were submerged inside, and the extraction of the effluent water took place by mechanical suction. The membranes were continuously aerated with

tangential air flow (6.8 m³/h) to avoid clogging on their surfaces and to maintain solids in suspension.

The membrane tank and bioreactor were separated to avoid the noise that would be produced by the superficial aeration cleaning system in the pure oxygen aeration system data. This side-stream configuration was chosen due to the main aim of this research is to evaluate the aeration efficiency when pure oxygen is used to provide aerobic conditions. Also, a baffle was installed to ensure an optimal contact time to ensure a higher content of oxygen because preferential paths are avoided. A recirculation rate of 141 l/h was established to make the MLSS constant between both bioreactors. A porous diffuser was used to provide fine bubbles, which is the best type for better oxygen transfer. But a porous diffuser is not the best type for scouring membrane (Ndinisa et al., 2006), this is why was necessary backwashing to avoid the increasing of the transmembrane pressure. The influent was wastewater from the primary settling from a real wastewater plant. The influent in the bioreactor was controlled by a level indicator connected to a feed pump (MAXROY® A105).

This system was controlled in order to achieve constant membrane coverage by the mixed liquor. Once the membranes were submerged, the aspiration of the pressure pump forced the liquid in the bioreactor to pass through the ultrafiltration membrane, leaving the solids retained on the biological reactor and consequently gradually increasing the MLSS concentration, and consequently, the microorganisms concentration. When the desired concentration was achieved, the corresponding constant sludge vents were opened accordingly to maintain the specific conditions in the reactor. Dissolved oxygen (DO) was monitored and controlled using two oxygen electrodes (LANGE LDOTM sc100) at different levels to ensure the best control and a set point of 2 mgO₂/l was established to provide ambient aerobic conditions. The pump made a backwash cycle using treated water inverting the flow every 10 minutes to remove aggregates and particles from the surface membrane during 15 seconds. A system to purge excess sludge was also installed.

Control and monitor devices were available to control the membrane pressure, temperature, pH, and the concentration of dissolved oxygen in the activated sludge. A second tank (25 l) was used to keep the treated water, which was also used for back flushing the membrane when necessary. Influent water was pumped in and the required flow rate was maintained by the suction pump. The oxygen supply was provided by oxygen bottles.

Hydraulic retention times of 12 h and 18 h was tested with three different MLSS concentrations in the steady state condition.

2.1. Physical and chemical determinations

The water samples (three replicates) for the analytical determinations were obtained every 24 h from the primary settling tank, biological reactor and permeate. The sample (1 l) from each point of interest (influent, effluent and mixed liquor) was conserved in the laboratory at 4 °C for physical and chemical analyses, and was analyzed within 4 h from sampling.

The biological oxygen demand (BOD₅) and carbon oxygen demand (COD) were determined according to the Standard Methods (APHA, 1992). Suspended solids (SS) were determined by gravimetric methods by the Standard Methods. The pH was determined using a pH meter (Crison pH 25®) and conductivity was determined using a conductivity meter (Crison CM 35®).

2.2. Determination of the oxygen transfer efficiency (alpha-factor)

The DO concentration was measured at various times in the MBR pilot plant. The mass transfer coefficient ($k_L a$) in the reactor was also determined (Damayanti et al., 2010). The saturation concentration of a diffusing substance can be found by applying Henry's law at the temperature of the experiment, or simply by letting the experiment run for a significant period of time until the concentration in the liquid remains constant. The DO concentration for a liquid will follow the equations of dynamics. This can be written as in equation 16:

$$\frac{dC}{dt} = K_L a \cdot (C_S - C) \tag{16}$$

Where C is the instant oxygen concentration, C_S is the oxygen concentration of saturation. The effect of temperature on the mass transfer was corrected by equation 17:

$$k_L a_{(T)} = k_L a_{(20^{\circ}C)} \varphi^{(T-20)}$$
 (17)

where T is the temperature (°C) and φ is a constant. Typical φ values are between 1,015 and 1,040, with 1.024 being the ASCE standard (Iranpour et al., 2000).

The α factor is the difference in mass transfer ($k_L a$) between clean and processed water, and it has the most significant impact on aeration efficiency out of all three conversion factors, and is defined in equation 18.

$$\alpha = \frac{K_L a_{wastewater}}{K_L a_{cleanwater}} \tag{18}$$

2.3. Viscosity

The viscosity of activated sludge was measured at four different temperatures (10, 20, 30 and 40 °C) with a viscosimeter (Brookfield, Model LVDVE) using a spindle number 18 and a Small Sample Adapter (SSA) at 60 rpm. The relationship between temperature and viscosity was related by the Andrade's equation as follows (Equation 19):

$$\mu = A \cdot e^{-\frac{B}{T}} \tag{19}$$

where μ is the viscosity, T is the temperature, and A and B are Andrade equation coefficients. The viscosity obtained is related at 20°C in order to be compared. Since

mixed liquor has non-Newtonian rheology, the viscosity obtained is the apparent viscosity. The shear rate was 79.2 s^{-1} in all experiments.

2.4. Statistics

Data were analysed by either one-way or multifactor analysis of variance (ANOVA), using the software package STATGRAPHICS 5.0 (STSC, Rockville, MD, USA) to identify significant differences between measurements. A significance level of 5% (P < 0,05) was selected (Molina-Muñoz et al., 2009).

The Canoco for Windows version 4.5 was used to quantify the influence of the environmental variables in the operational parameters by a multivariable analysis.

When an analysis of more than two variables was required, a Canonical Correspondence Analysis (CCA) was used to reveal the relationships between the operational parameters and environmental variables (Molina-Muñoz et al., 2009). CCA calculations were done with the CANOCO v 4.5 software package. Permutation tests (500 permutations) were performed and a significance level of 0,05 was selected. The operational variables tested were: HRT, TSS concentration, VSS concentration, and dissolved oxygen concentration. The environmental variables tested were related to sludge (temperature, pH), and composition of influent water (COD and BOD₅). All variables except pH were transformed to log (x+1). Principal Component Analysis (PCA) was used prior to CCA, in order to select the environmental variables most strongly associated with variability, and to exclude variables showing high correlation coefficients (r \geq 0.9). The correlation matrix amongst the variables was calculated using the Pearson's correlation coefficient.

The Canoco Graph is a representation of the effect of a particular environmental variable on the operational parameters. The approximated correlation is positive when the angle is sharp and negative when the angle is greater than 90 degrees. More quantitatively, we can read the approximated correlations of one operational parameter with the other operational parameters by projecting the arrowheads of the other species onto an imaginary line in the canonical axes. The effect on the operational parameters could be interpreted as the length of the arrow of the environmental variable, and this relationship will be direct or indirect depending of the angle between the variable and the parameter.

2.5. Nitrogen determination

Be quantified in nitrification efficiency in our system by ion chromatography, using a conductivity meter (Metrohm). Concentration was measured in ammonium, nitrate and nitrite and total nitrogen were determined by oxidizing to nitrate by strong oxidant.

For the separation of anions Metrosep ASUPP5 with carbontate/bicarbonato as eluent and sulphuric acid as regenerator for the suppressor chemist were used. For the separation of cations Metroxep CO2150 column with tartaric acid/dipicolinic as eluent were used.

2.6. Simulation

DESASS (Design and Simulation of Activated Sludge Systems) is a simulator compiled with Visual Basic 6.0 and Fortram Power Station (FPS) 4.0. This software can be used to simulate and evaluate performed treatment plants and design plants. The mathematic model of nutrient removal follows the Biological Nutrient Removal Model, No.1, BNRM1 (Seco et al., 2004) and includes the activated sludge model 2 of the IAWQ (Activated Sludge Model No, 2d, ASM2d) (Henze et al., 1999).

2.7. Sludge removal efficiency

The system worked with different hydraulic retention time. Due to the volume of the tank was constant the rate increased, so the biomass accumulation in the bioreactor was increased quickly. Depending of the MLSS concentration a purge was performed, this purge rate was in concordance with the system performance in the start phase. This purge was calculated with a total material balance during the initial phase. For the sludge retention time (SRT) calculation the mean MLSS concentration was obtained. This sludge retention time was the total volume divided by the purge rate in days.

In addition the total sludge of the influent was calculated as equation 20:

Sludge influent =
$$Q_i * SS_i$$
 (20)

As a product between influent rate and mean suspended solids concentration.

The sludge produced was calculated with equation 21:

Sludge production =
$$Q_p$$
*MLSS (21)

As a product between mean MLSS concentration and purge rate. So the removed sludge in the biological process due to the microbial metabolism can be calculated like the difference between sludge influent and sludge production.

The sludge removal was calculated with the equation 22:

$$\eta_{sludge-removal} = \frac{Sludge_i - Sludge_{purgued}}{Sludge_i} = \frac{Qi \cdot SSi - Qp \cdot MLSS}{Qi \cdot SSi}$$
(22)

The comparison between sludge removals must be made in the same range of HRT, temperature and MLSS concentration.

To study how temperature influences in the SRT theory SRT was calculated. The theory SRT is the SRT calculated to maintain constant the biomass concentration in the bioreactor without taking into account the removed biomass in the bioreactor, that is, the necessary time to maintain the sludge in the bioreactor at determined MLSS concentration taking into account only the accumulated sludge in the influent. So the theory SRT can be calculated with equation 23:

$$SRT_{theory} = \frac{V_{reactor}}{Qp_{theory}} = \frac{V_{reactor}}{\underbrace{Qi \cdot SSi}_{MLSS}} = \frac{V_{reactor} \cdot MLSS}{Qi \cdot SSi}$$
(23)

Sludge removal efficiency comparison was studied due to comparative data were obtained in both conditions, using pure oxygen and air to supply the aerobic conditions.

3. RESULTS AND DISCUSSION

The MLSS and MLVSS concentration values were obtained during 441 days divided among six different experiments with different MLSS concentrations and two different HRT. The MLSS and MLVSS values in Figure 2 indicate that SS accumulated until the desired MLSS concentration was reached; later the day when the steady state condition has been reached, a purge was provided to make the MLSS concentration constant, and consequently the sludge retention time constant. The MLSS and HRT range was chosen based on previous studies (Al-Amri et al., 2010; Verrecht et al., 2008; Lim et al., 2007).

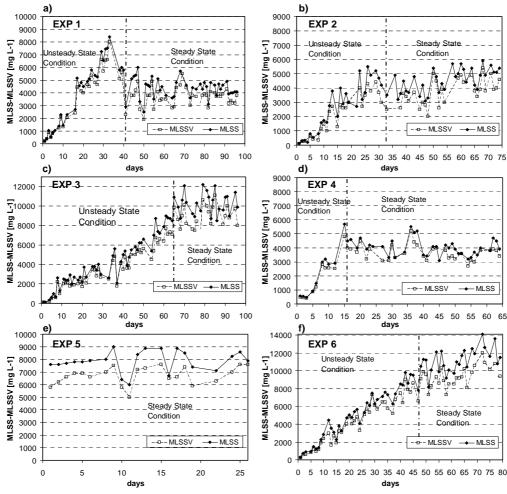


Figure 2. MLSS versus time for each experimental cycle separating steady and unsteady state conditions by a dotted line. A) MLSS of 4.300 mg/L when steady state conditions have reached. b) MLSS of 4.559 mg/L when steady state conditions have reached. c) MLSS of 10.275 mg/L when steady state conditions have reached. d) MLSS of 4.017 mg/L when steady state conditions have reached. e) MLSS of 7.873 mg/L when steady state conditions have reached. f) MLSS of 11.192 mg/L when steady state conditions have reached.

In the Figure 2f the MLSS concentration show a certain tendency to increase during the steady state condition, this increase was due to the effect in the biomass performance by other environmental variables, like the composition of the influent due to real wastewater was used as influent. The purged rate is calculated accordingly the accumulation of MLSS concentration during the unsteady state condition, and this rate can not be changed due to the sludge retention time (SRT) must be constant in order to consider that as a constant parameter. The SRT is a parameter that depends on the biomass performance due to the MLSS concentration is fixed because the effect in the biorreactor performance of this parameter is wanted to be quantified. The SRT values have been included in Table 1.

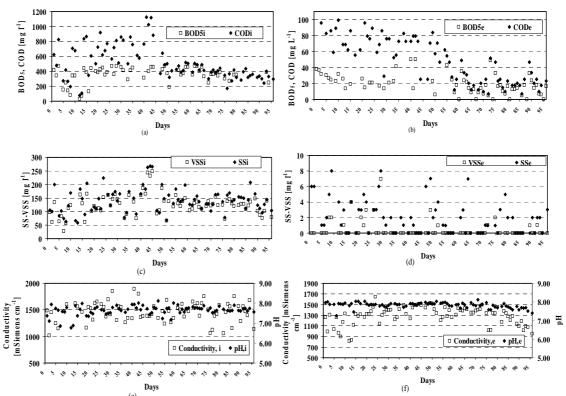


Figure 3. Physical and chemical test results: a) COD and BOD_5 of influent; b) COD and BOD_5 of effluent; c) suspended solids (SS) and volatile suspended solids (VSS) of influent; d) suspended solids (SS) and volatile suspended solids (VSS) of effluent; e) pH and conductivity of influent; f) pH and conductivity of effluent.

Figure 3 shows the physical-chemical data during the whole experimental period. The COD and BOD₅ removal efficiencies were above 90% throughout the whole process. Thus, the COD and BOD₅ under MLSS stable conditions in the influent were 376 and 370 mg/l, respectively, and COD and BOD₅ under MLSS stable conditions in the effluent were 24,5 and 15,5 mg/l, respectively. The SS effluent values remained in the range of 0-9 mg/l, values that showed the high efficiency of the system at removing organic matter under our experimental conditions, which were always higher than 90%. The pH and conductivity values were approximately the same in both the influent and effluent.

Table 1 shows the mean COD and BOD₅ of the influent and effluent under steady state conditions, the removal efficiencies were above 90% throughout all the experiments. The SS effluent values remained in the range of 0-9 mg/l, values that proved the high efficiency of the system at removing organic matter under our experimental conditions. When the HRT was 18 hours and MLSS values were 4.300,

4.559 and 10.275 mg/L, the removal efficiency of COD was respectively 95,6%, 95,8% and 93,4%, for BOD₅ they were 97,5%, 97,3% and 96,8%, and for SS the values were 98,0%, 98,0% and 98,2%.

With HRT of 12 hours and MLSS of 4.017, 7.873 and 11.192 mg/L the removal efficiencies in COD were respectively 91,5%, 94,9% and 91,8%, in BOD₅ they were 96.4%. 97.6% and 98.1% and in SS they were 98,5%, 97,8% and 98,3%. Such high removal efficiencies obtained is in concordance with other authors' results when MBR was used in wastewater treatment (Khan et al., 2011; Monclús et al., 2010; Bolzonella et al., 2010; Bracklow et al., 2010).

Table 1. Average physical-chemical characteristics (COD, BOD_5 and SS) of the influent and effluent for the different steady state conditions studied.

Experime nt	MLSS, mg/L	HRT, h	SRT, day	COD _i , mgO ₂ /L	COD _e , mgO ₂ /L	BOD _{5i} , mgO ₂ /L	BOD _{5e} , mgO ₂ /L	SS _i , mg/L	SS _e , mg/ L
EXP 1	4.300	18	19	531	23	377	9	148	3
EXP 2	4.559	18	149	567	24	334	9	119	4
EXP 3	10.275	18	84	567	37	376	12	143	3
EXP 4	4.017	12	14	374	32	339	12	123	2
EXP 5	7.873	12	42	429	22	403	10	115	3
EXP 6	11.192	12	45	417	34	374	7	139	2

3.1. Alpha-factor versus MLSS and HRT.

According to other authors (Germain et al., 2005; Judd, 2007; Krampe et al., 2003; Cornel et al., 2003) the aeration efficiency in a bioreactor decreases when the MLSS increases. This fact is in accordance with the data of the present study. Moreover, our data showed (Table 2) that the $k_{L}a$ values decreased when the MLSS concentration increased. However, it has been previously reported (Rodríguez et al., 2010; Rodríguez et al., 2011) that the $k_{L}a$ values can be affected by different environmental factors, such as temperature. In this context, our experiments were performed at a constant temperature (20±0,5°C).

Table 2. Comparative study of the operational parameters (alpha-factor and viscosity) for the different experiments when pure oxygen supply is used to provide aerobic conditions.

Experiment	Alpha-factor	μ(20°C), mPa.s
EXP 1	0,6115	4,5
EXP 2	0,8975	4,0
EXP 3	0,1223	24,0
EXP 4	0,2787	5,1
EXP 5	0,0355	11,2
EXP 6	0,0221	18,8

To determine the parameter that had more statistical significance in the alpha-factor (variable dependent), a Multiple Linear Regression Analysis was used. A 90% confidence level was chosen using the Statgraphics Plus. If the P-value in the ANOVA table is less than 0.10, there is a statistically significant relationship between the variables at the 90% confidence level. Since HRT is a parameter affecting the time that the oxygen is in contact with liquor its effect in the alpha-

factor must be studied together the effect of the MLSS concentration. The independent variable with the smallest P-value represents the highest statistical significance. The P-value for the relationship between HRT and alpha-factor was 0,1242, and the P-value for the relationship between MLSS and alpha-factor was 0,0902. From this data it can be observed that the relationship between MLSS and alpha factor had a higher statistical significance compared to the corresponding relationship between HRT and alpha factor. It must be taken into account that the stronger observed effect of MLSS on alpha-factor compared to HRT is only valid within the range employed. Henkel et al., 2009, observed that the MLSS concentration seems to be the decisive parameter which influences the oxygen transfer in activated sludge systems at low MLSS concentration; this fact can be seem in our results by considering R² when the MLSS and MLVSS are represented versus the alpha-factor. Higher influence for MLVSS has been reported from this author at higher MLSS concentration, higher than 15 g/L, but this work has been focused to low MLSS concentration, 4-12 g/L. These R² were obtained previous exponential regression at the different HRT. At HRT of 12 hours R² for MLSS was 0,9706 and for MLVSS was 0,9434. At HRT of 18 hours R² for MLSS was 0,9211 and for MLVSS was 0,8964.

When the MLSS do not presented significant differences the variation of efficiency was calculated at the same HRT, these points are at 4.300 mg/L versus 4017 mg/L and 10275 mg/L and 11192 mg/L when HRT was 18 h and 12 h respectively. The efficiency in terms of alpha-factor increased by 400 % when MLSS decreased from 10.275 mg/L to 4.300 mg/L at 18 h of HRT and by 1.160 % when MLSS decreased from 11.192 mg/L to 4.017 mg/L at 12 h of HRT.

At approximately the same MLSS concentration, the alpha-factor increased by 453% when HRT increased from 12 h to 18 h and increased by 119% when HRT increased from 12 h to 18 h.

The aim of this paper was to study a case using exclusively pure oxygen to supply the aerobic conditions to the MBR system. These alpha-factor data is difficult to compare with other data of other authors due to the value depends strongly with the bubble size and system geometry. But from other author reported data like Germain et al., 2005, when air was used to supply the aerobic conditions, a similar exponential relationship between MLSS concentration and alpha-factor was obtained. These values seem to be near 1 at low MLSS concentration (less than 5 mg/L) as in the present study but then seem to decrease softly. This softly decreasing when MLSS concentration increases could be occur due to the cited differences in bubble size and system geometry.

Moreover the use of pure oxygen instead of air to supply the aerobic conditions can be seen in Table 3, where de alpha-factor obtained in both conditions in experiment 4, 5 and 6 presented an improvement in the performance with a multiplicator factor of 2,2-3,6. Taking into account these data can be settled the convenience of using pure oxygen to supply the aerobic conditions.

Table 3. Comparative study of the alpha-factor for experiments 4, 5 and 6 when pure oxygen and air were used to supply the aerobic conditions.

Experiment	MLSS, mg/L	Alpha-factor,	Alpha-factor,	Improvement,
		oxigen	air	%
EXP 4	4017	0,2787	0,1070	2,2
EXP 5	7873	0,0355	0,0109	3,6
EXP 6	11192	0,0221	0,0102	2,6

3.2. Multivariable analysis.

In order to acquire a better knowledge of how the environmental parameters affect the efficiency of aeration, the Canoco for Windows version 4.5 was used. This study was performed by a canonical multivariate analysis that gave relevant information about the effect on the operating parameters and the interrelationship between environmental variables.

Firstly, all the parameters were taken into account and the inflaction factor was studied. These factors give an idea of how the environmental parameters inter-relate with the operational parameters. The Canoco graph is shown in Figure 4, the first canonical axis absorbs 61,8% and the second one 35,4%, so both canonical axis absorb 9,2% of the total covariance.

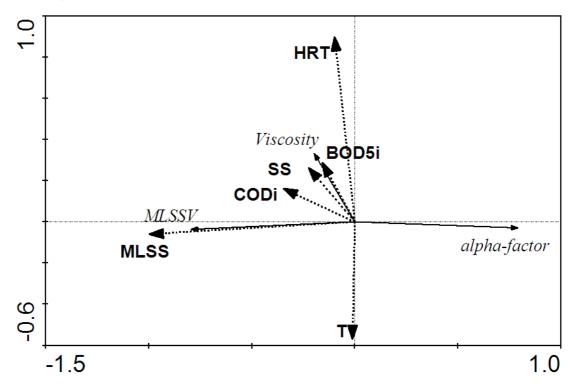


Figure 4. Graph of Canoco software studying BOD_5 of the influent, COD of the influent, SS of the influent, MLSS, HRT, and temperature featuring the alpha-factor as environmental variables represented with dotted line, and viscosity and MLVSS as parameters represented with solid lines under steady state conditions.

The environmental parameters, BOD₅ of influent, COD of influent, temperature, SS of influent, pH and conductivity of the sludge were studied. The angles between the arrows indicate correlations between individual environmental variables.

From Figure 4 it could be assumed that MLSS had the greatest influence on the alpha-factor and viscosity between the operational parameters due to the projected angle is the highest in the axis with higher inertia, this axis absorbs 61,8% of the inertia. The influence of MLSS and viscosity could not be the only factors involved in this influence because other parameters have not been measured like soluble microbial products (SMP) and extracellular polymer substances (EPS) but it could be assume that these parameters could be a lesser influence in alpha-factor (Germain et al., 2007). Other interesting assessments could be carried out with this graph; the alpha-factor is negatively correlated with MLVSS and viscosity due to the angle between these operational parameters being more than 90°.

Taking into account that the effect on the operational parameters could be interpreted as the length of the arrow of the environmental variable, MLSS and HRT had the maximum effect among all analyzed operational parameters. COD and BOD₅ of the influent had similar effects on the system. The biodegradability or relation between COD and BOD₅ was different in all experiments due to the system was working with a real wastewater influent. The rate of biodegradability of the process is not constant due to BOD₅ and COD not presenting the possible strongest correlativity owing to the angle between them being less than 90 degrees, although it has been demonstrated that they are quite correlated. The suspended solids in the influent are highly correlated with BOD₅ and COD, slightly more with BOD₅.

3.3. Kinetic parameters

Batch-respirometric experiments were performed during experiments 4, 5 and 6 at the end of the steady state conditions. In unsteady state conditions were performed in experiments 4 and 6, due to experiment 5 was performed at the end of experiment 6 chronologically. So only experiment 4 and 6 can be the differences between pure oxygen and air studied.

Table 4 and Table 5 show the kinetics parameter during the unsteady state conditions in experiment 4 and 6. The Monod's constant and the microbial decay coefficient decreased when MLSS increased due to the system was not stabilized. In both experiment the hydrolysis constant and substrate consumption were approximated in the same MLSS concentration.

 $Table \ 4. \ MLSS, Monod's \ constant \ (KM), microbial \ decay \ coefficient \ (kd), hydrolysis \ constant \ (kH) \ and \ yield \ coefficient \ (Y) \ during \ the \ unsteady \ state \ conditions \ in \ experiment \ 4.$

MLSS, mg/L	K _M , mg/L	k _d , day ⁻¹	k _H , day ⁻¹	Y, mgMLSS/mgCOD
2.580	297,88	0,1862	0,8004	0,709
4.100	170,03	0,1718	03431	0,877
4.700	128,036	0,0855	0,2936	0,567
5.500	65,107	0,1117	0,2868	0,461

Table 5. MLSS, Monod's constant (KM), microbial decay coefficient (kd), hydrolysis constant (kH) and yield coefficient (Y) during the unsteady state conditions in experiment 6.

MLSS, mg/L	K _M , mg/L	k _d , day ⁻¹	k _H , day ⁻¹	Y, mgMLSS/mgCOD
3.420	73,954	0,1040	0,6550	0,931
5.200	68.002	0,0520	0,3869	0,935
6.400	43,294	0,0332	0,3189	0,953
8.400	2,566	0,0243	0,3013	0,959

The hydrolysis coefficient was determined in the present study and the data obtained could be considered as being in a similar range to those reported previously (Table 6). Thus, it was observed that k_d values decreased when the MLSS concentration increased, suggesting that this effect could be due to an increase in the bacterial mortality associated with the age of the sludge.

Table 6. Mean values for K_La , k_d and temperature found by other authors.

	K _L a, min ⁻¹	k_d, h^{-1}	kh, h ⁻¹	T, °C
Brouwer et al., 1998.			0,73-2,17	19,5-21
Sollfrank and Gujer, 1991.			0,75	10
Sollfrank and Gujer, 1991.			1,04	20
Spanjers and Vanrolleghem,			2,4	20
1995.				
Ferrai et al., 2010.			0,08-0,2	20
Cokgor et al, 2009.		0,083	0,02	20
Badino et al., 2001.	6,35-2,07			
Ozbek and Gayik, 2001	2,65-0,083			

The yield coefficient remained constant for experiment 4, but in the experiment 6 the yield coefficient decreased significantly and the microbial decay coefficient. The specific growth rate (μ_{max}) did not show a constant behaviour or a clear tendency. This parameter is difficult to evaluate accurately, but this is not critical because the model is not very sensitive to this value (Henze et al., 1986).

Other authors found that the Monod's constant (K_M) decreased when the ratio of substrate to biomass (F/M) decreased $(Cokg\ddot{o}r')$ et al., 2009) due to the increase of microorganisms in the system. The data obtained showed the same trend. In experiment 6 an improvement was not obtained above 8000 mg/L.

When the S_0/X_0 ratio was around 0,05 gCOD/gVSS, the Y increased slightly; this fact was observed by other authors (Grady et al., 1996; Liu, 1996). The μ_{MAX} decreased when the ratio F/M increased due to an increase of the microorganisms in the MBR system

To compare the influence of using pure oxygen and air in kinetic coefficient respirometric method was performed at the end of the steady state conditions (Table 7).

Table 7. MLSS, Monod's constant (K_M) , microbial decay coefficient (k_d) , hydrolisis constant (k_H) and yield coefficient (Y) at the end of the steady state condition when pure oxyen and air were used in experiment 4, 5 and 6.

Experiment	MLSS, mg/L	K _M , mg/L	k _d , day ⁻¹	k _H , día ⁻¹	Y, mgMLSS/mgCOD
Pure oxygen					
EXP 4	4.017	160,335	0,1559	0,1710	0,600
EXP 5	7.873	43,079	0,0249	0,1845	0,762
EXP 6	11.192	3,647	0,0142	0,1266	0,871
Air					
EXP 4	4.017	50,095	0,1789	0,3291	0,725
EXP 5	7.873	12,639	0,0419	0,1780	0,669
EXP 6	11.192	5,447	0,2376	0,1021	0,867

In all experiments the kinetic parameters decreased when MLSS increased. This trend is not followed when air was used in experiment6, where MLSS concentration was maximum. This can be important due to working at high yield can be convenient working with pure oxygen. In all experiment the microbial decay coefficient was lesser and hydrolysis coefficient higher working with pure oxygen to supply the aerobic conditions. These data settled the convenience of working with pure oxygen due to the stability of the process is higher due to was less sensitive to load variations.

3.4. Multivariable analysis for kinetics parameters

In order to take a better knowledge of how affects the environmental parameters to the efficiency of aeration the Canoco for Windows version 4.5 was used. Firstly all the parameters were taken into account and the inflaction factor was studied. This factors give an idea how the environmental parameters inter-relationship and design parameters. The Canoco graph is shown in Figure 5, the first canonical axis absorbs the 99,8% (X axis) of the total covariance.

The environmental parameters MLSS, SRT (Sludge retention time) and Temperature were studied in all experiments. The angles between arrows indicate correlations between individual environmental variables. In order that the angles are higher than 90°, they are not correlated. From Figure 5 could be ensured that SRT has the biggest influence in kinetics parameters due to the projected angle is the highest in the axis with higher inertia, this axis absorbs the 97,6% of the inertia. Then SRT has more influence in kinetics, then temperature and finally MLSS concentration.

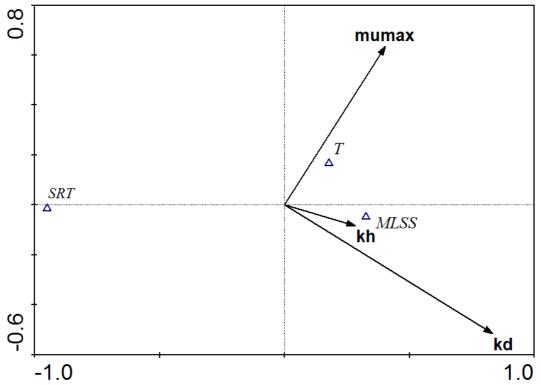


Figure 5. Graph of CANOCO software studying SRT, MLSS and temperature in steady state conditions as parameters feat μ max, kd, kh as variables.

From this analysis can be ensured that μ_{max} had not correlation with the other environmental parameters (k_d y k_h) but is the most influenced by operational parameters. Between microbial decay and hydrolysis coefficients showed a positive correlation.

3.5. Nitrogen removal efficiency.

Figure 6 shows the evolution of nitrogen compounds in the membrane bioreactor influent and effluent, being clearly the largest contribution of nitrogen as ammonia in experiment 3 and 6. These were the experiments compared due to the temperature was approximated in both of them.

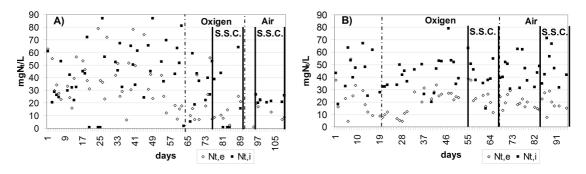


Figure 6 a) Evolution of nitrogen compounds in the form of ammonium, nitrite and nitrate to the influent and effluent during experiment 3. b) Evolution of nitrogen compounds in the form of ammonium, nitrite and nitrate to the influent and effluent during experiment 4. (Dotted line: supply of aerobic conditions with oxygen or air), S.S.C.: Steady State Conditions.

Figure 7 shows the evolution of nitrogen compound in the effluent of the membrane bioreactor of both experiments 1 and 2. Experiment 3 clearly shows nitrification,

being the first days in ammoniac form. After 13 days of operation begins clearly nitrification phase I, with the majority of nitrogen in the form of nitrite, and nitrate alter increase, indicating a successful nitrification of the system. Experiment 6 shows the decrease with the time of nitrogen as ammonia, starting nitrification in first phase on day 85.

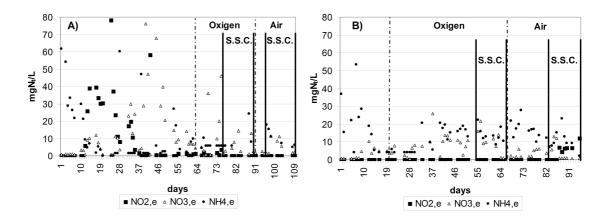


Figure 7 a) Evolution of nitrogen compounds in the form of ammonium, nitrite and nitrate at the effluent of the membrane bioreactor system during experiment 3. b) Evolution of nitrogen compounds in the form of ammonium, nitrite and nitrate at the effluent of the membrane bioreactor system during experiment 6. (Dotted line: supply of aerobic conditions with oxygen or air), S.S.C.: Steady State Conditions.

In Figure 6 graphs are represented with dotted line the time interval when pure oxygen and air were used to supply the aerobic conditions and with solid line the steady state conditions taken as the last ten days in every time interval using different gases. Experiment 3 took place for 109 days, the pure oxygen-phase was performed during the 64-90 days and the air-phase was performed during the 91-109 days. Experiment 6 took place for 97 days, the pure oxygen-phase was performed during the 20-66 days and the air-phase was performed during the 67-97 days.

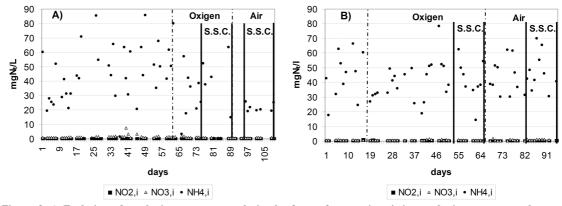


Figure 8 a) Evolution of total nitrogen compounds in the form of ammonia, nitrites and nitrates expressed as concentration of nitrogen in the influent of the membrane bioreactor during the experiment 3. b) Evolution of total nitrogen compounds in the form of ammonia, nitrites and nitrates expressed as concentration of nitrogen in the influent of the membrane bioreactor during the experiment 6. (Dotted line: supply of aerobic conditions with oxygen or air), S.S.C.: Steady State Conditions.

In Figure 8 are represented the total nitrogen in both the influent and effluent expressed in milligrams of nitrogen per litter. In experiment 3, except for specific days such as 42 which could be due to contamination from chemical cleaning, is clear the high removal efficiency in the influent and effluent. Experiment 6 this removal does not start until the nitrification in the first phase (day 85).

In the Experiment 3 the nitrification (Figure 7) was not complete until the last days of experimentation. Can be observed in the figure that nitrates began to form on day 25 of experimentation, peaking at day 39. When MLSS concentration increased these nitrates decreased, although not disappeared, continuing the nitrification. In this experiment are large removal performances in form of ammonium nitrogen.

In Experiment 6 on day 86 an increasing of nitrogen in the effluent in form of nitrite is observed, nitrate appears strongly around day 36, the evolution of nitrogen compounds suited to bacterial growth model developed.

It is worth mentioning that the stabilization was reached at higher working hydraulic retention times, because it promotes the growth of nitrifying microorganisms and nitrification by increasing the residence time of wastewater to be treated.

This analysis was made taking into account the data of the latest 14 days in the steady state condition, both using pure oxygen and air to supply the oxic conditions to the membrane bioreactor system.

To view the nitrification capacity of the membrane bioreactor Table 8 is displayed. This table shows the mean concentrations of MLSS on each of the experiments with their respective temperatures, and the average production of nitrate and nitrite and remove of ammonium in the last 10 days of each experiment with air and with oxygen (Steady state condition) as a multiplicator factor. The temperature and the suspended solids have a significant influence in the system, the temperature have to be maintained in the same range due to the experiment was done in the same station of the year.

Table 8. Temperature, MLSS, nitrite and nitrate production and ammonium consumption when pure oxygen and air were used to supply the aerobic conditions in steady state conditions.

Experiment	HRT, h	MLSS, mg/L	T, ° C	Multiplicator factor of NH ₄	Multiplicator factor of NO ₂	Multiplicator factor of NO ₃
Pure oxygen						
EXP 3	18	10.275	10	0,79	-	8,04
EXP 4	12	4.017	15	0,67	-	13,25
Air						
EXP 3	18	10.275	11	0,65	-	5,72
EXP 4	12	4.017	13	0,59	74,32	8,62

Comparing the use of pure oxygen and air the nitrification was higher when pure oxygen was used to supply the aerobic conditions. At HRT of 18 hours (Experiment 3) and MLSS of 8.133 mg/L when pure oxygen was used and 7.650 mg/L when air was used the efficiency of consumed ammonium was 79,10% and 65.,57% respectively, an increase of 13,53%. At HRT of 12 hours (Experiment 2) and MLSS of 3.762 mg/L when pure oxygen was used and 3.632 mg/L when air was used the efficiency of consumed ammonium was 67,08% and 59,07% respectively, an increase of 8,01%.

There are investigations that study the nitrification in membrane bioreactors. Rosenberger et al., 2002, shows that there is a nitrification in an MBR system, the nitrifying bacteria growth occurs at MLSS concentrations below 6000 mg/L with hydraulic retention time over 10 hours, once getting a proper nitrification in the

process before the 50 days of operation the MLSS concentration increased to values above 18000 mg/L continuing the process of nitrification.

Another aspect to be noted is that there is a denitrification in almost all experiments, as this is due to the possible existence of areas in the biological reactor.

In the present research work has been the case that was not detected significant concentrations of nitrate in the effluent and denitrification was occurring as described above, Ghyoot et al., 1999, proposes an alternative mechanism for denitrification without the presence of nitrate:

$$NH_4^+ \rightarrow NO_2^- \rightarrow N_2$$

This mechanism could explain the partial denitrification that has existed in the experiments where has not been produced nitrate, however it is possible that a normal denitrification exists and nitrate is not detected due to the speed of generation of this is equal to the removal by the mechanism of denitrification, and also nitrogen may be part of being assimilated by the biomass.

Suwa et al., 1989, have stated that the nitrification-denitrification can occur at high concentrations of dissolved oxygen in a membrane bioreactor due to the high concentration of suspended solids in the mixed liquor generated microscopic anoxic zones or flocs formed by favouring denitrifying bacteria growth. It has also been shown that denitrification can occur due to intermittent aeration (Suwa et al., 1992; Ueda et al., 1996; Nagaoka, 1999; Yeom et al., 1999).

3.6. Kinetics parameters for nitrogen removal

In table 9 are the kinetic parameters obtained with the Monod's model when steady state conditions were achieved. In the experimental conditions at equivalent temperatures and MLSS concentration, when hydraulic retention time was 18 hour, the mean specific growth rate was higher when air was used, the maximum specific growth rate was approximately the same and de constant higher when pure oxygen was used. This demonstrate that the growth rate achieved at steady state conditions when pure oxygen was used is less due to the Monod's constant K is higher without a high variation of the maximum specific growth rate.

The same trend can be observed when hydraulic retention time was 12 hours. The increase of K when pure oxygen was used was 190,45% in experiment 1, and 324,11% in experiment 6. These trends evidence the improving in the system when pure oxygen was used to supply the aerobic conditions in terms of biomass growth studying the ammonium consume by kinetic balance.

Table 9. Kinetic coefficients when pure oxygen and air were used to supply the aerobic conditions in steady state conditions.

Experiment	HRT, h	MLSS , mg/L	T, °C	μ_{NH4}^{+},h^{-1}	$egin{array}{c} {r_{suNH4}}^+, \\ {mgN_t}\!/\!L \\ h \end{array}$	μ _{ΜΑΧ} , _{NH4} ⁺ , h ⁻¹	K_{NH4}^+ , mgN_t/L	k _{d,NH4.} +, day	k _{H,NH4} +, day	TRC, days	S _{nh4} ⁺ experimen tal
Pure oxygen											
EXP 3	18	10.275	10	0,00031	1,23	0,005455	3,7134	0,0003	0,0074	85	0.34
EXP 6	12	11.192	15	0,00168	1,14	0,004674	0,3387	0,0368	0,0094	45	0.59
Air											
EXP 3	18	10.275	11	0,002191	0,66	0,005818	1,9498	0,1129	0,0040	85	0.66
EXP 6	12	11.192	13	0,000290	1,18	0,004306	0,1045	0,0402	0,0088	45	0.66

MLSS concentration has an important influence in the Monod's constant decreasing K when MLSS increase due to the competition (Rodríguez et al., 2011). This trend is strongly influenced by the hydraulic retention time too, so in this study only the comparison between air and pure oxygen in each experiment can be studied.

At HRT of 12 hours the ammonium uptake rate does not differ significantly, this could be due to the smaller contact time; there is no appropriate time to raise the consumption of ammonia. At higher hydraulic retention time, 18 hours, there is significant difference in the rate of consumption when using pure oxygen and air to supply aerobic conditions, with an increase with a increase factor of 1,8 when pure oxygen was displayed.

The kinetics parameters are highly influenced by temperature and HRT, increasing the hydrolysis constant when temperature increases in both experiments. In both experiments the lysis constant increase and hydrolysis constant decrease when air was used to supply the aerobic conditions, more exactly the hydrolysis constant in both experiments increase at multiplicator factor of 1,8 and 1,1 respectively in experiment 1 and experiment 2 respectively when pure oxygen was used. This improve is higher in experiment 1 due to the higher HRT that gives the optimal conditions to ammonium consumption.

3.7. Multivariable analysis for kinetics in nitrogen removal

In order to take a better knowledge of how affects the environmental parameters to the efficiency of aeration the Canoco for Windows version 4.5 was used. Firstly all the parameters were taken into account and the inflaction factor was studied. This factors give an idea how the environmental parameters inter-relationship and design parameters. The Canoco graph is shown in Figure 7, the first canonical axis absorbs the 99.8% (X axis) of the total covariance.

The environmental parameters MLSS, HRT and Temperature were studied in all experiments (Figure 9a). The angles between arrows indicate correlations between individual environmental variables. In order that the angles are higher than 90°, they

are not correlated. From Figure 9a could be ensured that Temperature has the biggest influence in kinetics parameters due to the projected angle is the highest in the axis with higher inertia, this axis absorbs the 99,8% of the inertia. Then HRT has more influence in kinetics, and finally MLSS concentration.

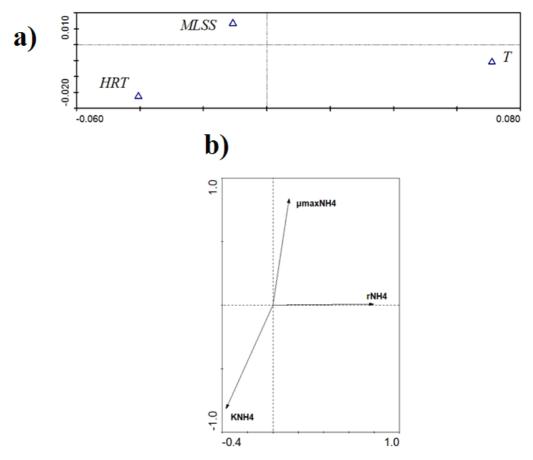


Figure 9 Graph of Canoco software studying HRT, MLSS concentration and temperature in steady state conditions as parameters feat the r_{NH4}^+ , μ_{maxNH4}^+ and K_{NH4}^+ as variables. a) Operational parameters.

The Figure 9b) shows that μ_{maxNH4}^{+} and K_{NH4}^{+} have a negative strong correlation due to the approximated correlation is positive because the angle is sharp. This is due to they are interrelated with Monod's equation.

3.8. Simulation for nitrogen removal

To simulate the ammonium fraction in the effluent with the input conditions and to verify the convenience in the use of kinetics in the design DESASS software was used. In Table 9 the experimental ammonium fractions obtained are shown, these fraction are expressed like the ammonium in the effluent divided by the total nitrogen in the effluent. To simulate the sludge retention time are needed, this is why they are included in table 9.

Can be observed that the same trend is followed when HRT concentration decrease in order that less ammonium is consumed. The method to obtain kinetics obtained following equation 1 and 2 is suitable in order that the simulated and experimental fraction follows the same trend with the logical deviation of experiments data.

Before the study of removal efficiency and kinetics is concluded that under the conditions studied the membrane bioreactor process is suitable for nitrification of ammonia, and thus for nitrogen removal from the effluent, being in this investigation that nitrification is strongly favoured when pure oxygen was used to supply the aerobic conditions, and this improve can be observed in the kinetics.

3.9. Sludge removal efficiency using pure oxygen and air.

In Table 10 the mean values of produced sludge, sludge influent and removal sludge are shown in all experiments and temperatures. In this table is stated that the removed sludge is increased when the MLSS concentration in both conditions. In addition the relationship between temperature and removed sludge is stated. The sludge removal was higher when temperature increased due to the microbial activity.

Table 10. Sludge parameters when pure oxygen and air were used to supply the aerobic conditions.

Experiment	MLSS, mg/L	SRT, days	T, °C	Sludge of influent, mg/day	Produced sludge, mg/day	Removed sludge, mg/day
Pure oxygen						
1	4.017	14	14	5.438	5.356	81
2	7.873	42	26	4.730	3.477	1253
3	11.192	45	13	5.513	4.663	849
Air						
1	4.017	14	16	4.842	4.833	9,16
2	7.873	149	23	3.650	813	2837
3	11.192	32	16	5.773	5.684	89,75

Comparing theoretical SRT calculated with Table 9 with the experimental SRT in Table 11 is shown the difference between them with the temperature, where can be noticed that the temperature raise has an effect of increasing in the experimental SRT. This fact is due to the microbial metabolism; all consumed material is completely oxidised (Ronzano and Dapena, 2002).

Table 11. Theoretical SRT, experimental SRT, efficiency of sludge removal, real and calculated purge rate and real sludge production when pure oxygen and air were used to supply the aerobic conditions.

Experiment	SRT, days	Theoretical SRT, days	ΔSRT, days	μ removed sludge, %	Calculated sludge production, kg/day	Real sludge production, kg/day	Calculated Qp, L/day	Real Qp, L/day
Pure oxygen								
1	14	13,76	0,21	1,50	3,06	3,09	31,76	32,00
2	42	37,81	6,89	15,41	1,87	2,00	9,88	10,60
3	45	31,00	11,17	26,49	2,64	2,69	9,85	10,00
Air								
1	14	43,28	29,31	0,19	2,37	2,78	27,24	32,00
2	149	103,06	45,94	77,72	1,23	0,47	7,88	3,00
3	32	97,57	65,64	1,55	2,17	3,27	9,27	14,00

The exponential regression for the difference between theoretical and experimental SRT versus temperature when pure oxygen was used was (Equation 24):

$$SRT_{\text{exp}\,eximental} - SRT_{\text{theoretical}} = 5E - 05e^{0.5723 \cdot T} \tag{24}$$

And when air was used (Equation 25):

$$SRT_{\text{exp}\,eximental} - SRT_{theoretical} = 19.245e^{0.0412 \cdot T} \tag{25}$$

In this equation can be noticed that at temperature below 15°C there are not significant differences between them.

The removal efficiency at different experimental SRT obtained with equation 3 is show in Table 11. Can be achieved that there is a strong lineal regression between them, and this is the following equation when pure oxygen was used (Equation 26):

$$\mu_{sludgeremoval} = 0.5997 \cdot SRT_{exp \, erimental} - 6.9188 \tag{26}$$

And when air was used (Equation 27):

$$\mu_{sludgeremoval} = 0,6006 \cdot SRT_{experimental} - 12,766 \tag{27}$$

With equation 13 and 15 the sludge removal efficiency in function of the operational parameters can be obtained in the case of using pure oxygen (Equation 28):

$$\mu_{removalsludge} = -6.9188 + 0.5997 \cdot \left(0.0000505 \cdot e^{0.5723 \cdot T} + \frac{V_{reactor} \cdot MLSS}{Qi \cdot SSi} \right)$$
(28)

And in the same way when air was used using equation 25 and 27 (Equation 29):

$$\mu_{sludgeremoval} = -12,766 + 0,6006 \cdot \left(19,245 \cdot e^{0,0412 \cdot T} + \frac{V_{reactor} \cdot MLSS}{Qi \cdot SSi}\right)$$
(29)

This is the design equation that can calculate the produced sludge at different operational parameters and temperature (Equation 30).

$$F_{producedsludge} = Qi \cdot SSi \cdot \left(1 - \frac{\mu_{removedsludge}}{100}\right)$$
(30)

In Table 11 is shown a comparison between the purge rate and the produced sludge calculated with the design equation (Equation 30) and the experimental produced sludge when pure oxygen and air were used to supply the aerobic conditions. Can be achieved that the design simulation has a good performance. The real and calculated produced sludge decrease when SRT increase. In addition can be seen that the real and calculated values fit well before SRT of 45 days.

Abstract

Furthermore, comparing pure oxygen and air conditions can be seen that the calculated SRT and the experimental SRT do not fit so well. In addition comparing both situations the sludge removal decreased when air was used to supply the aerobic conditions.

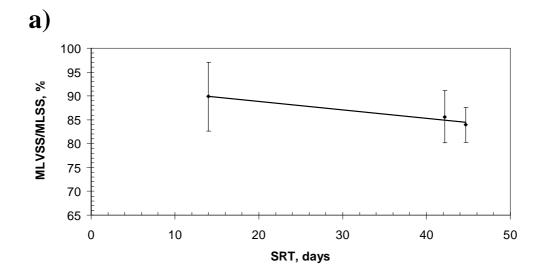
The comparative points obtained are at low sludge retention time and medium retention with and increment of 789% at low sludge retention time (experiment 1 comparing pure oxygen and air state) and between 994% and 1709% at medium sludge retention time (experiment 2 and experiment 3 using pure oxygen and experiment 3 using air). This reduction of sludge production in the bioreactor system has been reported to be between 20% and 30% less than in CASPs working at similar conditions of SRT due to the increase of predators working at higher MLSS concentrations (Ghyoot W and Verstraete, 1999).

The low production of sludge at high SRT has the most lately conditions studied and has been reported to be high by other authors (Lubello et al., 2009; Wei et al., 2003; Sun et al., 2007) and has been reported the MBR to be one of the technologies with lesser sludge production working at higher TRC.

3.10. Sludge stabilization

Other important parameter is the stabilization of the sludge in the purge of the bioreactor, expressed like the relationship between MLSS concentration and mixed liquid volatile suspended solids (MLVSS) in percentage. This parameter establishes the needing of a later treatment of the sludge.

In Figure 10 can be observed that when SRT increased the stabilization of the sludge increased, and values of 80% were achieved with SRT of 84,4 days when pure oxygen was used to supply the aerobic conditions. This value can be considered as high but must be take into account that the sludge is only biological sludge without primary treated sludge that normally has higher inorganic amount, so can be considered as mixed sludge that can be considered stabilised when MLVSS/MLSS is 50-55%.



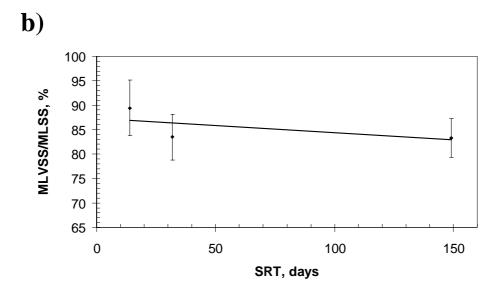


Figure 10. MLVSS/MLSS (Stabilization) versus SRT. a) When pure oxygen was used to supply the aerobic conditions. b) When air was used to supply the aerobic conditions.

Have been performed researches that stated the higher MLVSS/MLSS relation of MBR feat CASPs processes. For instance, Xing et al., 2000, established this relationship always upper 60%. Other research was carried by Pollice et al., 2008, with MLSS around 20 g/L at high SRT this relationship was 75%, proximal to the achieved in the present research, so can be taken as normal this range working at high MLSS concentrations.

In the same figure the case of using air is shown too. In this case the stabilization seems to be slightly higher, but must be taken into account that the air experiment is a continuation of the pure oxygen conditions experiment. But this improve is not high at high SRT conditions, that is the work conditions. At SRT around 150 days the stabilization in case of pure oxygen was around 85% and in the case of air around 75%.

Índice

1. PL	ANTEAMIENTO DEL PROBLEMA	28
1.1.	INTRODUCCIÓN	28
1.1	.1. Aguas residuales urbanas, características y problemática	29
1.1		
1.1	<u> </u>	
1.1	4. Fangos activos	35
1.1	······································	
1.1	6	
1.1		
1.1	· · · · · · · · · · · · · · · · · · ·	4'
1.1	· · · · · · · · · · · · · · · · · · ·	
	membranas.	
	10. Eficiencia de aireación	
	1.1.10.1. Análisis del coeficiente de transferencia de masas (K _L a)	
	1.1.10.2. Influencia de la temperatura	
	1.1.10.3. Influencia de orgánicos disueltos	
	1.1.10.5. Parámetros que afectan a la aireación	
	12. Cinética de crecimiento	
1.2		7
1.2 fun	.2. Situación actual de las investigaciones y la aplicación de oxígeno puro en su cionamiento	7
1.2		
Mie	crofiltración en BRM	7
1.2	.4. Limpiezas químicas en membranas de BRM	7
1.2	r	
1.2		
	1.2.6.1. Tiempo de retención del fango	
	1.2.6.2. Tiempo de retención hidráulica	
	1.2.6.3. Sólidos en suspensión en el licor de mezcla	
1.2	J J 1	
1.2	.8. Producción de fangos	8:
1.3.	CONCLUSIONES DEL BARRIDO BIBLIOGRÁFICO	8
2. <i>OE</i>	BJETIVOS DE LA INVESTIGACIÓN	9 (
2.1.	OBJETIVO PRINCIPAL	9
2.2	ORIETIVOS SECUNDARIOS	9(

3.	MET	TODOLOGÍA	94
	3.1.	Metodología de la investigación de choque	94
	3.1.1. 3.1.2.	Descripción de la planta piloto y parámetros operacionales en la Investigación de Descripción de la ubicación	
	3.2.	VARIABLES PREVIAS	101
	3.2.1.	TRH (Tiempo de Retención Hidráulica)	102
	3.2.2.	TRC (Tiempo de Retención Celular)	102
	3.2.3.	MLSS (Sólidos en Suspensión en el Licor Mezcla)	102
	3.2.4.	MLSSV (Sólidos en Suspensión Volátiles en el Licor Mezcla)	
	3.2.5.	Demanda Biológica de Oxígeno del influente	
	3.2.6.	Demanda Química de Oxígeno del influente	
	3.2.7.	Sólidos en Suspensión del influente	
	3.2.8.	Sólidos en Suspensión Volátiles del influente	
	3.2.9.	pH del influente	
	3.2.10		
	3.2.11	r	
	3.2.12		
	3.2.13 3.2.14	e	
	3.3.	PARÁMETROS PREVIOS	105
	3.3.1.	Demanda Biológica de Oxígeno del efluente	
	3.3.2.	Demanda Química de Oxígeno del efluente	
	3.3.3.	Sólidos en Suspensión del efluente	
	3.3.4.	Sólidos en Suspensión Volátiles del efluente	
	3.3.5.	pH del efluente y licor mezcla	
	3.3.6.	Conductividad del efluente y licor mezcla	
	3.3.7.	Análisis de tamaño y distribución de partículas del efluente	
	3.3.8. 3.3.9.	Nitrito, nitrato y amonio del efluente	
	3.3.9.		
	3.3.10	E	
	3.3.11	•	
	3.3.13		
	3.3.14		
	3.4.	MATERIALES Y MÉTODOS ANALÍTICOS	108
	3.4.1.	Demanda Biológico de oxígeno	108
	3.4.2.	Demanda Química de Oxígeno	111
	3.4.3.	Sólidos en Suspensión	
	3.4.4.	Sólidos en Suspensión Volátiles	
	3.4.5.	pH	
	3.4.6.	Conductividad	
	3.4.7.	Oxígeno disuelto	123
	3.4.8.	Análisis de tamaño y distribución de partículas	
	3.4.9.	Viscosidad	
	3.4.10	· · · · · · · · · · · · · · · · · · ·	
	3.4.11	C	
	3.4.12	. Determinación de coliformes totales, coliformes fecales y heterótrofos	133

1 .	INVE	STIGACIÓN DE CHOQUE	140
	4.1. F	PLAN DE TRABAJO	140
5.	1,86 m licor m 4.1. (TR 4.1. (TR 4.1. 4.1. 4.1. 4.30 4.1. (TR 4.1. (TR 4.1. 4.1. 4.1. 4.1. 2.4.1. 4.1. 4.1.	H 18h, MLSS 4.300 mg/L)	el 142 143 1442 1452 1552 1553 1554 1556 1656 1659 1659 1659
		MODIFICACIONES DE LAS CONDICIONES DE PARTIDA	
	5.1.1.	Objetivos definitivos	174
		1.1. Objetivos principales	
	5.1.	J 1 1	
	5.2. V	ARIABLES DEFINITIVAS	17
	5.2.1.	TRH (Tiempo de Retención Hidráulica)	17
	5.2.2.	TRC (Tiempo de Retención Celular)	17
	5.2.3.	Demanda Biológica de Oxígeno del influente	178
	5.2.4.	Demanda Química de Oxígeno del influente	178
	5.2.5.	Sólidos en Suspensión del influente	
	5.2.6.	Sólidos en Suspensión Volátiles del influente	
	5.2.7.	MLSS (Sólidos en Suspensión en el Licor Mezcla)	
	5.2.8.	MLSSV (Sólidos en Suspensión Volátiles en el Licor Mezcla)	
	5.2.9.	pH del influente	
	5.2.10.	Conductividad del influente	
	5.2.11.	Análisis de tamaño y distribución de partículas del influente	
	5.2.12.	Nitrito, nitrato y amonio del influente	
	5.2.13.	Nitrógeno total en el influente	
	5.2.14.		10/

5.3. PARÁMETROS DEFINITIVOS	180
5.3.1. Demanda Biológica de Oxígeno del efluente (DBO ₅)	180
5.3.2. Demanda Química de Oxígeno del efluente (DQO)	
5.3.3. Sólidos en Suspensión del efluente	
5.3.4. Sólidos en Suspensión Volátiles del efluente	181
5.3.5. pH del efluente y licor mezcla	181
5.3.6. Conductividad del efluente y licor mezcla	
5.3.7. Análisis de tamaño y distribución de partículas del efluente	
5.3.8. Nitrito, nitrato y amonio del efluente	
5.3.9. Nitrógeno total en el efluente	
5.3.10. Oxígeno disuelto en el reactor biológico	
5.3.11. Temperatura	
5.3.12. Presión Transmembrana	
5.3.13. Viscosidad	
5.3.14. Coliformes totales, fecales y heterótrofos en el efluente	
5.3.15. Alfa-factor	
5.5.16. Constantes emeticas	183
5.4. PLAN DE TRABAJO	184
5.5. DISEÑO Y FUNCIONAMIENTO DE LA PLANTA EXPERIMENTAL DI BIORREACTORES DE MEMBRANA. 5.5.1. Modo de operación	186
5.6. MÉTODOS ANALÍTICOS	190
5.6.1. Respirometría y obtención de constantes cinéticas del BRM	190
5.7. PRESENTACIÓN DE RESULTADOS	196
5.7.1. Experimento 2° con superficie de la membrana de 1,86 m², tiempo de retención	or 100
hidráulico de 18 horas y concentración de sólidos en suspensión en el licor mezcla de 4.559 m	ıg/L 196
5.7.1.1. Calibrado de caudales de las membranas en el Experimento 2 (TRH 18h, MLSS 4.559 mg/L)	197
5.7.1.2. Evolución de MLSS y MLSSV en el reactor biológico en el Experimento 2	
(TRH 18h, MLSS 4.559 mg/L)	
5.7.1.3. Evolución de las temperaturas en el Experimento 2 (TRH 18h, MLSS 4.559 m.	_
5.7.1.4. Presiones de funcionamiento en el Experimento 2 (TRH 18h, MLSS 4.559 mg.	L) 203
5.7.1.5. Permeabilidad de las membranas y recuperación de permeabilidad por	201
contralavado en el Experimento 2 (TRH 18h, MLSS 4.559 mg/L)	
 5.7.1.6. Evolución de la DBO₅ y DQO en el Experimento 2 (TRH 18h, MLSS 4.559 m 5.7.1.7. Evolución de pH y conductividad en el Experimento 2 (TRH 18h, MLSS 	,
4.559 mg/L)	
5.7.1.8. Evolución de los sólidos en suspensión en efluente e influente en el Experimen (TRH 18h, MLSS 4.559 mg/L)	
5.7.1.9. Análisis del tamaño y distribución de partículas en el Experimento 2 (TRH 18)	
MLSS 4.559 mg/L)	
5.7.1.10. Determinación de coliformes fecales, coliformes totales y heterótrofos en el	
Experimento 2 (TRH 18h, MLSS 4.559 mg/L)	
5.7.1.11. Viscosidad en el Experimento 2 (TRH 18h, MLSS 4.559 mg/L)	
5.7.1.12. Alfa-factor en el Experimento 2 (TRH 18h, MLSS 4.559 mg/L)	
5.7.2. Experimento 3º con superficie de la membrana de 1,86 m², tiempo de retención hidrá	

	5.7.2.1.	Calibrado de caudales de las membranas en el Experimento 3 (TRH 18h,	
	MLSS 10.2 5.7.2.2.	275 mg/L)	220
		MLSS 10.275 mg/L)	223
	5.7.2.3.	Evolución de las temperaturas en el Experimento 3 (TRH 18h, MLSS 10.275 mg/L)	
	5.7.2.4.	Presiones de funcionamiento en el Experimento 3 (TRH 18h, MLSS 10.275 mg/L)	
	5.7.2.5.	Permeabilidad de las membranas y recuperación de permeabilidad por	220
		lo en el Experimento 3 (TRH 18h, MLSS 10.275 mg/L)	227
	5.7.2.6.	Evolución de la DBO ₅ y DQO en el Experimento 3 (TRH 18h, MLSS 10.275 mg/L)	
	5.7.2.7.	Evolución de pH y conductividad en el Experimento 3 (TRH 18h,	
		75 mg/L)	230
	5.7.2.8.	Evolución de nitrito, nitrato y amonio en el Experimento 3 (TRH 18h,	
		75 mg/L)	232
	5.7.2.9.	Evolución de los sólidos en suspensión en efluente e influente en el Experimento 3	
		MLSS 10.275 mg/L)	235
	5.7.2.10.	Análisis del tamaño y distribución de partículas en el Experimento 3 (TRH 18h,	
	MLSS 10.2	775 mg/L)	237
	5.7.2.11.	Determinación de coliformes fecales, coliformes totales y heterótrofos en el	
	Experiment	to 3 (TRH 18h, MLSS 10.275 mg/L)	238
	5.7.2.12.	Viscosidad en el Experimento 3 (TRH 18h, MLSS 10.275 mg/L)	241
	5.7.2.13.	Alfa-factor en el Experimento 3 (TRH 18h, MLSS 10.275 mg/L)	242
		rimento 4° con superficie de la membrana de 2,79 m², tiempo de retención hidráulico	
de	12 horas y	concentración de sólidos en suspensión en el licor mezcla de 4.017 mg/L	244
	5.7.3.1.	Calibrado de caudales de las membranas en el Experimento 4 (TRH 12h,	
		7 mg/L)	245
	5.7.3.2.	Evolución de MLSS y MLSSV en el reactor biológico en el Experimento 4	
		MLSS 4.017 mg/L)	
	5.7.3.3.	Evolución de las temperaturas en el Experimento 4 (TRH 12h, MLSS 4.017 mg/L) .	
	5.7.3.4.	Presiones de funcionamiento en el Experimento 4 (TRH 12h, MLSS 4.017 mg/L)	251
	5.7.3.5.	Permeabilidad de las membranas y recuperación de permeabilidad por contralavado	
	-	rimento 4 (TRH 12h, MLSS 4.017 mg/L)	
	5.7.3.6.	Evolución de la DBO $_5$ y DQO en el Experimento 4 (TRH 12h, MLSS 4.017 mg/L) .	254
	5.7.3.7.	Evolución de pH y conductividad en el Experimento 4 (TRH 12h,	25.6
		7 mg/L)	256
	5.7.3.8.	7 mg/L)	250
			238
	5.7.3.9.	Evolución de los sólidos en suspensión en efluente e influente en el Experimento 4 MLSS 4.017 mg/L)	260
		Análisis del tamaño y distribución de partículas en el Experimento 4 (TRH 12h,	200
		7 mg/L)	262
	5.7.3.11.	Determinación de coliformes fecales, coliformes totales y heterótrofos en el	202
		to 4 (TRH 12h, MLSS 4.017 mg/L)	262
	5.7.3.12.	Viscosidad en el Experimento 4 (TRH 12h, MLSS 4.017 mg/L)	
	5.7.3.13.	Constantes cinéticas en el Experimento 4 (TRH 12h, MLSS 4.017 mg/L)	
	5.7.3.14.	Alfa-factor en el Experimento 4 (TRH 12h, MLSS 4.017 mg/L)	
5.7		rimento 5° con superficie de la membrana de 2,79 m², tiempo de retención hidráulico	_0,
		concentración de sólidos en suspensión en el licor mezcla de 7.873 mg/L	270
	5.7.4.1.	Calibrado de caudales de las membranas en el Experimento 5 (TRH 12h,	
		/3 mg/L)	271
	5.7.4.2.	Evolución de MLSS y MLSSV en el reactor biológico en el Experimento 5	
	(TRH 12h,	MLSS 7.873 mg/L)	275
	5.7.4.3.	Evolución de las temperaturas en el Experimento 5 (TRH 12h, MLSS 7.873 mg/L).	276
	5.7.4.4.	Presiones de funcionamiento en el Experimento 5 (TRH 12h, MLSS 7.873 mg/L)	
	5.7.4.5.	Permeabilidad de las membranas y recuperación de permeabilidad por contralavado	
	en el Exper	imento 5 (TRH 12h, MLSS 7.873 mg/L)	
	5.7.4.6.	Evolución de la DBO ₅ y DQO en el Experimento 5 (TRH 12h, MLSS 7.873 mg/L) .	280
	5.7.4.7.	Evolución de pH y conductividad en el Experimento 5 (TRH 12h,	
	MLSS 7.87	3 mg/L)	281
	5.7.4.8.	Evolución de nitrito, nitrato y amonio en el Experimento 5 (TRH 12h,	
	MI SS 7 87	(3 mg/J)	283

	5.7.4.9.	Evolución de los sólidos en suspensión en efluente e influente en el Experimento 5	207
	5.7.4.10.	, MLSS 7.873 mg/L)	. 280
		73 mg/L)	287
	5.7.4.11.	Determinación de coliformes fecales, coliformes totales y heterótrofos en el	. 207
		nto 5 (TRH 12h, MLSS 7.873 mg/L)	. 288
	5.7.4.12.	Viscosidad en el Experimento 5 (TRH 12h, MLSS 7.873 mg/L)	
	5.7.4.13.		
	5.7.4.14.	Alfa-factor en el Experimento 5 (TRH 12h, MLSS 7.873 mg/L)	
	5.7.5. Exp	erimento 6 con superficie de la membrana de 2,79 m², tiempo de retención hidráulico	
	de 12 horas y	concentración de sólidos en suspensión en el licor mezcla de 11.192 mg/L	. 296
	5.7.5.1.	Calibrado de caudales de las membranas en el Experimento 6 (TRH 12h,	
		192 mg/L)	. 297
	5.7.5.2.	Evolución de MLSS y MLSSV en el reactor biológico en el Experimento 6	
		, MLSS 11.192 mg/L)	
	5.7.5.3.	Evolución de las temperaturas en el Experimento 6 (TRH 12h, MLSS 11.192 mg/L)	
	5.7.5.4.	Presiones de funcionamiento en el Experimento 6 (TRH 12h, MLSS 11.192 mg/L)	
	5.7.5.5.	Permeabilidad de las membranas y recuperación de permeabilidad por contralavado	
	5.7.5.6.	erimento 6 (TRH 12h, MLSS 11.192 mg/L) Evolución de la DBO ₅ y DQO en el Experimento 6 (TRH 12h, MLSS 11.192 mg/L)	
	5.7.5.0. 5.7.5.7.	Evolución de la DBO ₅ y DQO en el Experimento 6 (TRH 12h, MLSS 11.192 hig/L) Evolución de pH y conductividad en el Experimento 6 (TRH 12h,) 303
		192 mg/L)	307
	5.7.5.8.	Evolución de nitrito, nitrato y amonio en el Experimento 6 (TRH 12h,	. 307
		192 mg/L)	309
	5.7.5.9.	Evolución de los sólidos en suspensión en efluente e influente en el Experimento 6	. 507
		, MLSS 11.192 mg/L)	. 312
	5.7.5.10.	Análisis del tamaño y distribución de partículas en el Experimento 6 (TRH 12h,	
		192 mg/L)	. 314
	5.7.5.11.	Determinación de coliformes fecales, coliformes totales y heterótrofos en el	
	Experimen	nto 6 (TRH 12h, MLSS 11.192 mg/L)	. 315
	5.7.5.12.	Viscosidad en el Experimento 6 (TRH 12h, MLSS 11.192 mg/L)	
	5.7.5.13.	Constantes cinéticas en el Experimento 6 (TRH 12h, MLSS 11.192 mg/L)	
	5.7.5.14.	Alfa-factor en el Experimento 6 (TRH 12h, MLSS 11.192 mg/L)	
	5.7.5.15.	Análisis SEM/EDX.	. 322
5.8	3. ANÁL	ISIS Y DISCUSIÓN DE RESULTADOS	335
		etos de los tiempos de retención hidráulicos, de la temperatura y de la concentración de calidad del efluente en el biorreactor de membrana	
		lisis de permeabilidad e integridad de los módulos de membrana de fibra hueca.	
	5.8.2.1.	Análisis de permeabilidad.	
		dio de la influencia de la carga hidráulica y viscosidad en el ensuciamiento de la	. 3 12
		ediante análisis de la distribución y tamaño de partículas en el permeado del biorreact	or
		I	
		uencia de los tiempos de retención celular y la temperatura en la digestión y producció	
		piorreactor de membrana.	
		nencia del uso de oxígeno puro y aire en la digestión y producción de fangos en el	
	biorreactor de	e membrana.	. 359
		nencia de los parámetros de operación (MLSS, oxígeno puro y aire y temperatura) en l	
		n de la cinética microbiana del sistema	
		nencia de los tiempos de retención hidráulicos, de la temperatura, de la concentración	
	•	so de oxígeno puro o aire en la capacidad nitrificante de los biorreactores de membran	ıa
	375		1
		nencia de los tiempos de retención hidráulicos, de la temperatura, de la concentración	
	MLSS y la vi 385	scosidad en la eficiencia de aireación en relación con la eliminación de materia orgán	ıca.
		uencia del uso de oxígeno o aire en la eficiencia de aireación	302
	2.0.7. IIIII	ionera dei abo de oxigeno o ane en la enciencia de aneación	. 572

<i>6</i> .	CONCLUSIONES	396
<i>7</i> .	LÍNEAS FUTURAS DE INVESTIGACIÓN	402
8.	ESTUDIO BIBLIOGRÁFICO	406
	PRODUCCIÓN CIENTÍFICA	

Índice	de	tabla	lS
muice	ue	iuvia	w

Tabla 1.	Composición típica del agua residual urbana (Metcalf y Eddy, 2000) 30
Tabla 2. residuales i	Procesos de fangos activos en función de la carga másica para aguas urbanas típicas (García, 2010)36
Tabla 3.	Valores de TRC en sistemas de fangos activos según carga. (García, 2010) 81
Tabla 4. litro.	Volumen de muestra en función de la DBO5 estimada para frascos de 1 110
Tabla 5.	Estimación de volumen a añadir en la obtención de sólidos en suspensión. 120
Tabla 6.	Concentración de reactivos necesarios en cromatografía131
Tabla 7.	Patrones de aniones utilizados
Tabla 8.	Patrones de cationes utilizados
Tabla 9.	Composición del medio de cultivo Endo Agar
Tabla 10.	Composición del medio de cultivo TSA
	Resultados del caudal frente a valores del potenciómetro en planta piloto de es de membrana con dos módulos de superficie total de filtración de 1,86 m² imento 1
Tabla 12.	Valores medios en el cálculo del akla-factor167
Tabla 13.	Valores medios para k_d , k_h y temperatura obtenidos por otros autores 195
	Resultados del caudal frente a valores del potenciómetro en planta piloto de es de membrana con dos módulos de superficie total de filtración de 1,86 m² imento 2
	Resultados del caudal frente a valores del potenciómetro en planta piloto de es de membrana con dos módulos de superficie total de filtración de 1,86 m² imento 3
Tabla 16. experiment	Concentración media de amonio, nitrito y nitrato en el influente en el o 3233
biorreactor	Resultados del caudal frente a valores del potenciómetro en planta piloto de es de membrana con tres módulos de superficie total de filtración de 2,79 m² imento 4
	Concentración media de amonio, nitrito y nitrato en el influente en el o 4259
-	Sólidos en suspensión en el licor mezcla, constante de Monod (K_M) , de lisis (k_d) , coeficiente de hidrólisis (k_H) y coeficiente de carga (Y) durante o estacionario del experimento 4
	Sólidos en suspensión en el licor mezcla, constante de Monod (K_M) , de lisis (k_d) , coeficiente de hidrólisis (k_H) y coeficiente de carga (Y) al final estacionario suministrando oxígeno puro y aire en el experimento 4 267

Tabla 21. Resultados del caudal frente a valores del potenciómetro en planta piloto de biorreactores de membrana con tres módulos de superficie total de filtración de 2,79 m ² en el experimento 5
Tabla 22.Concentración media de amonio, nitrito y nitrato en el influente en elexperimento 4.284
Tabla 23. Sólidos en suspensión en el licor mezcla, constante de Monod (K_M) , coeficiente de lisis (k_d) , coeficiente de hidrólisis (k_H) y coeficiente de carga (Y) al final del estado estacionario suministrando oxígeno puro y aire en el experimento 5 293
Tabla 24. Resultados del caudal frente a valores del potenciómetro en planta piloto de biorreactores de membrana con tres módulos de superficie total de filtración de 2,79 m² en el experimento 6
Tabla 25. Concentración media de amonio, nitrito y nitrato en el influente en el experimento 6
Tabla 26. Sólidos en suspensión en el licor mezcla, constante de Monod (K_M) , coeficiente de lisis (k_d) , coeficiente de hidrólisis (k_H) y coeficiente de carga (Y) durante el estado no estacionario del experimento 6
Tabla 27. Sólidos en suspensión en el licor mezcla, constante de Monod (K_M) , coeficiente de lisis (k_d) , coeficiente de hidrólisis (k_H) y coeficiente de carga (Y) al final del estado estacionario suministrando oxígeno puro y aire en el experimento 6
Tabla 28. Condiciones experimentales de MLSS, TRH, TRC, viscosidad y temperatura de los distintos experimentos realizados
Tabla 29. Características físico-químicas medias (DQO, DBO ₅ y SS) del influente para las distintas condiciones estudiadas en estado estacionario
Tabla 30. Características físico-químicas medias (DQO, DBO ₅ y SS) del efluente y rendimientos de eliminación para las distintas condiciones estudiadas en estado estacionario cuando se usó oxígeno puro y aire
Tabla 31. Comparaciones múltiples mediante procedimiento ANOVA de los tiempos de retención hidráulico, sólidos en suspensión en el licor mezcla y temperatura de todos los experimentos
Tabla 32. Porcentaje de recuperación de permeabilidad medio del contralavado para cada experimento durante la investigación de fondo
Tabla 33. Porcentaje de recuperación de permeabilidad de las limpiezas químicas para cada experimento durante la investigación de fondo
Tabla 34. Parámetros de caracterización del fango del proceso de biorreactores de membrana de los seis experimentos cuando se usó oxígeno puro
Tabla 35. Parámetros de caracterización del fango del proceso de biorreactores de membrana de los seis experimentos
Tabla 36. Parámetros de caracterización del fango del proceso de biorreactores de membrana de los seis experimentos cuando se usó aire
Tabla 37. Parámetros de caracterización del fango del proceso de biorreactores de membrana de los seis experimentos

	Temperatura, sólidos en suspensión en el licor mezcla y nitrato cuando se o puro y aire377
	Eficiencias de producción de nitrito y nitrato y eliminación de amonio en el 3, 4, 5 y 6 cuando se usó oxígeno puro y aire
fracciones d	Parámetros cinéticos referidos al amonio, tiempo de retención celular y de amonio en el efluente simulado y experimental en el experimento 3, 4, 5 y e usó oxígeno puro y aire
temperatur	Características físico-químicas medias (DQO, DBO ₅ y SS) del influente y a de operación para las distintas condiciones estudiadas en estado o
viscosidad)	Estudio comparativo de los parámetros operacionales (alfa-factor y para los distintos experimentos cuando se usó oxígeno puro para las condiciones óxicas al sistema
	Estudio comparativo de los alfa-factor para los experimentos cuatro, cinco y se usó oxígeno puro y aire para suministrar las condiciones óxicas al 393

Índice de Figuras

Figura 1. Transformaciones biológicas en plantas de tratamiento	34
Figura 2. Esquema de planta de tratamiento de fangos activos	35
Figura 3. Procesos de membrana y sus rangos de filtración. (Poyatos, 2007)	40
Figura 4. Sistema de membrana en espiral. (Hontoria, 2003)	45
Figura 5. Esquema de configuración de membrana de placa y bastidor. (Honton 2003)	
Figura 6. Esquema de circulación de flujo de membranas tubulares. (Hontoria,	2003)46
Figura 7. Sección transversal de membrana de fibra hueca. (Hontoria, 2003)	47
Figura 8. Esquema de módulo de membrana	48
Figura 9. (a) Filtración directa (b) Filtración tangencial (Poyatos, 2007)	51
Figura 10. a) Biorreactor de membrana sumergida. b) Biorreactor de corriente	
Figura 11. a) Evolución de concentración de oxígeno típica en el biorreactor de membrana con respecto al tiempo después de parar el aporte de oxígeno. b) Evo de ln(C_s - C_0) con respecto al tiempo para el cálculo de K_L a	e Olución
Figura 12. Ciclo del nitrógeno modificado (Gómez y Hontoria, 2003)	64
Figura 13. Módulo de membrana de ultrafiltración	95
Figura 14. Diagrama de la planta piloto BRM utilizada en el presente estudio	95
Figura 15. Interior del Biorreactor	96
Figura 16. Difusor poroso de oxígeno	96
Figura 17. Planta experimental	98
Figura 18. Vista aérea de la estación depuradora Oeste de Granada	100
Figura 19. Esquema de la planta de tratamientos de aguas residuales donde se d la conexión de la planta piloto de biorreactores de membrana a decantador prin	-
Figura 20. Bomba de alimentación planta piloto	101
Figura 21. Frascos Oxitop y frigotermostato	109
Figura 22. Espectrofotómetro Heλios γ spectrophotometer	116
Figura 23. Recta patrón de la DQO utilizado en las determinaciones	117
Figura 24. Ejemplo de cálculo gráfico en la recta patrón de la DQO utilizado en determinaciones	
Figura 25. pHmetro (izquierda) y Conductivímetro (derecha) Crisol	122
Figura 26. Sonda de oxígeno disuelto el LANGE LDO TM / sc100	124
Figura 27. Medidor de partículas LiQuilaz-E20 particle counter	125
Figura 28 Esquema de medidor de partículas (Poyatos 2007)	126

Figura 29. Viscosímetro Brookfield LVT
Figura 30. Imagen de cromatógrafo iónico Metrohm®12
Figura 31. Imagen de cromatógrafo iónico Metrohm® detalle columna ASUPP5 13
Figura 32. Imagen de cromatógrafo iónico Metrohm® detalle columna CO2150 13
Figura 33. Cronograma seguido en el experimento 1. *: Diarios: DQO, DBO5, MLSS, Turbidez, pH, T, Conductividad, PTM, OD, Nitrógeno. Semanales: Viscosidad. #: Control de coliformes totales, E. coli, colifagos, en el agua de salida
Figura 34. Caudal en L/h frente al valor del potenciómetro en % en la planta piloto de biorreactores de membrana con módulo de 1,86 m² en el experimento 1
Figura 35. Presión transmembrana frente a variaciones de potencia en la planta piloto de biorreactores de membrana con módulo de 1,86 m² en el experimento 1 14
Figura 36. Presión transmembrana frente al caudal en la planta piloto de biorreactores de membrana con módulo de 1,86 m² en el experimento 1
Figura 37. Evolución MLSS y MLSSV del experimento 1 en el BRM 14
Figura 38. Evolución de la temperatura en el interior del reactor biológico en el BRM en el experimento 1
Figura 39. Permeabilidad inicial o anterior a contralavado y permeabilidad final o posterior al contralavado del experimento 114
Figura 40. Porcentaje de recuperación de permeabilidad de las membranas debido al contralavado del experimento 1
Figura 41. Evolución de la presión transmembrana en el inicio del ciclo de filtrado, final del ciclo de filtrado y en el ciclo de contralavado en el experimento 1 (línea punteada: limpieza química)
Figura 42. Evolución de DQO y DBO ₅ del influente del biorreactor de membranas en e experimento 1
Figura 43. Evolución de DQO y DBO ₅ del efluente del biorreactor de membranas en el experimento 1
Figura 44. Evolución del pH del influente y efluente en el experimento 1
Figura 45. Evolución de la conductividad del influente y el efluente en el experimento 1
Figura 46. Evolución del pH y conductividad del licor mezcla del biorreactor de membranas en el experimento 1
Figura 47. Evolución de los sólidos en suspensión (SS) y sólidos en suspensión volátiles (SSV) del influente de entrada del biorreactor de membranas en el experimento 1 15
Figura 48. Evolución de los sólidos en suspensión (SS) y sólidos en suspensión volátile. (SSV) del efluente de salida del biorreactor de membranas en el experimento 1 15
Figura 49. Análisis de tamaño y distribución de partículas del efluente durante el experimento 1
Figura 50. Coliformes fecales detectados en el influente, biorreactor de membrana y efluente durante el experimento 1

Figura 51. Coliformes totales detectados en el influente, biorreactor de membefluente durante el experimento 1	
Figura 52. Coliformes fecales, totales y heterótrofos detectados en el influent el experimento 1	
Figura 53. Evolución de la viscosidad a temperatura de operación (T) y 20° C los sólidos en suspensión del licor mezcla del biorreactor de membranas (ML durante el experimento 1	(SS)
Figura 54. Evolución de la concentración media de oxígeno en el biorreactor membranas durante el experimento para la obtención del alfa-factor en el ex	perimento
Figura 55. Tratamiento matemático para la obtención del coeficiente de trande de masas conducente a la obtención del alfa-factor del experimento 1	sferencia
Figura 56. Experimentos para determinar el akla-factor: a) incremento de la concentración de oxígeno disuelto en agua de grifo; b) Incremento de la conde oxígeno disuelto en las condiciones de MLSS en el estado estacionario	centración
Figura 57. Experimentos para determinar el akla-factor: a) descenso de la concentración de oxígeno disuelto en agua de grifo; d) Descenso de la concenoxígeno disuelto en la concentración de oxígeno disuelto bajo las condiciones en el estado estacionario	s de MLSS
Figura 58. Cronograma seguido en los experimentos 1, 2 y 3	184
Figura 59. Cronograma seguido en los experimentos 4, 5 y 6	18
Figura 60. Fotografía del circuito de aire	182
Figura 61. Diagrama de flujo del circuito de aire	
Figura 62. Diagrama de la planta piloto BRM utilizada en el presente estudio	o 18
Figura 63. Planta experimental con bombonas de oxígeno puro	189
Figura 64. Fermentador Biostat [®] A Plus de 2 litros de capacidad	19
Figura 65. Evolución del oxígeno disuelto durante un experimento respiromo	-

Figura 71. Evolución de la temperatura en el interior del reactor biológico en el BRM en el experimento 2
Figura 72. Evolución de la presión transmembrana en el inicio del ciclo de filtrado, final del ciclo de filtrado y en el ciclo de contralavado en el experimento 2 (línea punteada: limpieza quimica)
Figura 73. Permeabilidad inicial o anterior a contralavado y permeabilidad final o posterior al contralavado del experimento 2
Figura 74. Porcentaje de recuperación de permeabilidad de las membranas debido al contralavado del experimento 2
Figura 75. Evolución de DQO y DBO ₅ del influente del biorreactor de membranas en el experimento 2
Figura 76. Evolución de DQO y DBO ₅ del efluente del biorreactor de membranas en el experimento 2
Figura 77. Evolución del pH del influente y del efluente en el experimento 2 208
Figura 78. Evolución de la conductividad del influente y del efluente en el experimento 2
Figura 79. Evolución del pH y conductividad del licor mezcla del biorreactor de membranas en el experimento 2
Figura 80. Evolución de los sólidos en suspensión (SS) y sólidos en suspensión volátiles (SSV) del influente de entrada del biorreactor de membranas en el experimento 2 212
Figura 81. Evolución de los sólidos en suspensión (SS) y sólidos en suspensión volátiles (SSV) del efluente de salida del biorreactor de membranas en el experimento 2 212
Figura 82. Análisis de tamaño y distribución de partículas del efluente durante el experimento 2
Figura 83. Coliformes fecales detectados en el influente, biorreactor de membrana y efluente durante el experimento 2
Figura 84. Coliformes totales detectados en el influente, biorreactor de membrana y efluente durante el experimento 2
Figura 85. Coliformes fecales, totales y heterótrofos detectados en el influente durante el experimento 2
Figura 86. Evolución de la viscosidad a temperatura de operación (T) y 20° C frente a los sólidos en suspensión del licor mezcla del biorreactor de membranas (MLSS) durante el experimento 2
Figura 87. Evolución de la concentración media de oxígeno en el biorreactor de membranas durante el experimento para la obtención del alfa-factor en el experimento 2
Figura 88. Tratamiento matemático para la obtención del coeficiente de transferencia de masas conducente a la obtención del alfa-factor del experimento 2
Figura 89. Caudal en L/h frente al valor del potenciómetro en % en la planta piloto de hiorreactores de membrana con módulo de 1.86 m² en el experimento 3

Figura 90. Presión transmembrana frente a variaciones de potencia en la planta piloto de biorreactores de membrana con módulo de 1,86 m²en el experimento 3 22.
Figura 91. Presión transmembrana frente al caudal en la planta piloto de biorreactores de membrana con módulo de 1,86 m² en el experimento 3
Figura 92. Evolución MLSS y MLSSV del experimento 3 en el BRM22-
Figura 93. Evolución de la temperatura en el interior del reactor biológico en el BRM en el experimento 3
Figura 94. Evolución de la presión transmembrana en el inicio del ciclo de filtrado, final del ciclo de filtrado y en el ciclo de contralavado en el experimento 3 (línea punteada: limpieza química)
Figura 95. Permeabilidad inicial o anterior a contralavado y permeabilidad final o posterior al contralavado del experimento 3
Figura 96. Porcentaje de recuperación de permeabilidad de las membranas debido al contralavado del experimento 3
Figura 97. Evolución de DQO y DBO ₅ del influente del biorreactor de membranas en el experimento 3
Figura 98. Evolución de DQO y DBO ₅ del efluente del biorreactor de membranas en el experimento 3
Figura 99. Evolución del pH del influente y del efluente en el experimento 3 230
Figura 100. Evolución de la conductividad del influente y del efluente en el experimento 3
Figura 101. Evolución del pH y conductividad del licor mezcla del biorreactor de membranas en el experimento 3
Figura 102. Evolución de los compuestos nitrogenados en forma de amonio, nitritos y nitratos a la entrada del biorreactor de membranas o influente durante el experimento 3
Figura 103. Evolución de los compuestos nitrogenados en forma de amonio, nitritos y nitratos a la salida del biorreactor de membranas o efluente durante el experimento 3.
Figura 104. Evolución del total de compuestos nitrogenados en forma de amonio, nitritos y nitratos expresados como concentración de nitrógeno tanto a la salida del biorreactor de membranas o efluente, como en el influente, durante el experimento 3.
Figura 105. Evolución de los sólidos en suspensión (SS) y sólidos en suspensión volátiles (SSV) del influente de entrada del biorreactor de membranas en el experimento 3
Figura 106. Evolución de los sólidos en suspensión (SS) y sólidos en suspensión volátiles (SSV) del efluente de salida del biorreactor de membranas en el experimento 3.
Figura 107. Análisis de tamaño y distribución de partículas del efluente durante el experimento 3

Figura 108. Coliformes fecales detectados en el influente, biorreactor de membrana y efluente durante el experimento 3
Figura 109. Coliformes totales detectados en el influente, biorreactor de membrana y efluente durante el experimento 3
Figura 110. Coliformes fecales, totales y heterótrofos detectados en el influente durante el experimento 3
Figura 111. Evolución de la viscosidad a temperatura de operación (T) y 20° C frente a los sólidos en suspensión del licor mezcla del biorreactor de membranas (MLSS) durante el experimento 3
Figura 112. Evolución de la concentración media de oxígeno en el biorreactor de membranas durante el experimento para la obtención del alfa-factor en el experimento 3
Figura 113. Tratamiento matemático para la obtención del coeficiente de transferencia de masas conducente a la obtención del alfa-factor del experimento 3243
Figura 114. Caudal en L/h frente al valor del potenciómetro en % en la planta piloto de biorreactores de membrana con módulo de 2,79 m² en el experimento 4 247
Figura 115. Presión transmembrana frente a variaciones de potencia en la planta piloto de biorreactores de membrana con módulo de 2,79 m² en el experimento 4 248
Figura 116. Presión transmembrana frente al caudal en la planta piloto de biorreactores de membrana con módulo de 2,79 m² en el experimento 4248
Figura 117. Evolución MLSS y MLSSV del experimento 4 en el BRM256
Figura 118. Evolución de la temperatura en el interior del reactor biológico en el BRM en el experimento 4
Figura 119. Evolución de la presión transmembrana en el inicio del ciclo de filtrado, final del ciclo de filtrado y en el ciclo de contralavado en el experimento 4 252
Figura 120. Permeabilidad inicial o anterior a contralavado y permeabilidad final o posterior al contralavado del experimento 4253
Figura 121. Porcentaje de recuperación de permeabilidad de las membranas debido al contralavado del experimento 4
Figura 122. Evolución de DQO y DBO ₅ del influente del biorreactor de membranas en el experimento 4
Figura 123. Evolución de DQO y DBO ₅ del efluente del biorreactor de membranas en el experimento 4
Figura 124. Evolución del pH del influente y del efluente en el experimento 4 256
Figura 125. Evolución de la conductividad del influente y del efluente en el experimento 4
Figura 126. Evolución del pH y conductividad del licor mezcla del biorreactor de membranas en el experimento 4257
Figura 127. Evolución de los compuestos nitrogenados en forma de amonio, nitritos y nitratos a la entrada del biorreactor de membranas o influente durante el experimento

Figura 128. Evolución de los compuestos nitrogenados en forma de amonio, nitritos y nitratos a la salida del biorreactor de membranas o efluente durante el experimento 4.
Figura 129. Evolución del total de compuestos nitrogenados en forma de amonio, nitritos y nitratos expresados como concentración de nitrógeno tanto a la salida del biorreactor de membranas o efluente, como en el influente, durante el experimento 4.
Figura 130. Evolución de los sólidos en suspensión (SS) y sólidos en suspensión volátiles (SSV) del influente de entrada del biorreactor de membranas en el experimento 4
Figura 131. Evolución de los sólidos en suspensión (SS) y sólidos en suspensión volátiles (SSV) del efluente de salida del biorreactor de membranas en el experimento 4.
Figura 132. Análisis de tamaño y distribución de partículas del efluente durante el experimento 4
Figura 133. Coliformes fecales detectados en el influente, biorreactor de membrana y efluente durante el experimento 4
Figura 134. Coliformes totales detectados en el influente, biorreactor de membrana y efluente durante el experimento 4
Figura 135. Coliformes fecales, totales y heterótrofos detectados en el influente durante el experimento 4
Figura 136. Evolución de la viscosidad a temperatura de operación (T) y 20° C frente a los sólidos en suspensión del licor mezcla del biorreactor de membranas (MLSS) durante el experimento 3
Figura 137. Evolución de la concentración media de oxígeno en el biorreactor de membranas durante el experimento para la obtención del alfa-factor en el experimento 4 usando oxígeno puro
Figura 138. Evolución de la concentración media de oxígeno en el biorreactor de membranas durante el experimento para la obtención del alfa-factor en el experimento 4 usando aire
Figura 139. Tratamiento matemático para la obtención del coeficiente de transferencia de masas conducente a la obtención del alfa-factor del experimento 4 usando oxígeno puro
Figura 140. Tratamiento matemático para la obtención del coeficiente de transferencia de masas conducente a la obtención del alfa-factor del experimento 4 usando aire 269
Figura 141. Caudal en L/h frente al valor del potenciómetro en % en la planta piloto de biorreactores de membrana con módulo de 2,79 m² en el experimento 5 273
Figura 142. Presión transmembrana frente a variaciones de potencia en la planta piloto de biorreactores de membrana con módulo de 2,79 m² en el experimento 5
Figura 143. Presión transmembrana frente al caudal en la planta piloto de biorreactores de membrana con módulo de 2,79 m² en el experimento 5
Figura 144 Evolución MISS v MISSV del experimento 5 en el RRM 270

Figura 145. Evolución de la temperatura en el interior del reactor biológico en el BRM en el experimento 5
Figura 146. Evolución de la presión transmembrana en el inicio del ciclo de filtrado, final del ciclo de filtrado y en el ciclo de contralavado en el experimento 5 2
Figura 147. Permeabilidad inicial o anterior a contralavado y permeabilidad final o posterior al contralavado del experimento 52
Figura 148. Porcentaje de recuperación de permeabilidad de las membranas debido al contralavado del experimento 52
Figura 149. Evolución de DQO y DBO ₅ del influente del biorreactor de membranas en el experimento 5
Figura 150. Evolución de DQO y DBO ₅ del efluente del biorreactor de membranas en experimento 5
Figura 151. Evolución del pH del influente y del efluente en el experimento 5 2
Figura 152. Evolución de la conductividad del influente y del efluente en el experimen 5
Figura 153. Evolución del pH y conductividad del licor mezcla del biorreactor de membranas en el experimento 5
Figura 154. Evolución de los compuestos nitrogenados en forma de amonio, nitritos y nitratos a la entrada del biorreactor de membranas o influente durante el experimento 5
Figura 155. Evolución de los compuestos nitrogenados en forma de amonio, nitritos y nitratos a la salida del biorreactor de membranas o efluente durante el experimento 5.
Figura 156. Evolución del total de compuestos nitrogenados en forma de amonio, nitritos y nitratos expresados como concentración de nitrógeno tanto a la salida del biorreactor de membranas o efluente, como en el influente, durante el experimento 5.
Figura 157. Evolución de los sólidos en suspensión (SS) y sólidos en suspensión volátiles (SSV) del influente de entrada del biorreactor de membranas en el experimen 5
Figura 158. Evolución de los sólidos en suspensión (SS) y sólidos en suspensión volátiles (SSV) del efluente de salida del biorreactor de membranas en el experimento
Figura 159. Análisis de tamaño y distribución de partículas del efluente durante el experimento 5
Figura 160. Coliformes fecales detectados en el influente, biorreactor de membrana y efluente durante el experimento 5
Figura 161. Coliformes totales detectados en el influente, biorreactor de membrana y efluente durante el experimento 5
Figura 162. Coliformes fecales, totales y heterótrofos detectados en el influente durant el experimento 5.

Figura 163. Evolución de la viscosidad a temperatura de operación (T) y 20° C frente a los sólidos en suspensión del licor mezcla del biorreactor de membranas (MLSS) durante el experimento 5
Figura 164. Evolución de la concentración media de oxígeno en el biorreactor de membranas durante el experimento para la obtención del alfa-factor en el experimento 5 usando oxígeno puro
Figura 165. Evolución de la concentración media de oxígeno en el biorreactor de membranas durante el experimento para la obtención del alfa-factor en el experimento 5 usando aire
Figura 166. Tratamiento matemático para la obtención del coeficiente de transferencia de masas conducente a la obtención del alfa-factor del experimento 5 usando oxígeno puro
Figura 167. Tratamiento matemático para la obtención del coeficiente de transferencia de masas conducente a la obtención del alfa-factor del experimento 5 usando aire 295
Figura 168. Caudal en L/h frente al valor del potenciómetro en % en la planta piloto de biorreactores de membrana con módulo de 2,79 m² en el experimento 6 298
Figura 169. Presión transmembrana frente a variaciones de potencia en la planta piloto de biorreactores de membrana con módulo de 2,79 m² en el experimento 6 299
Figura 170. Presión transmembrana frente al caudal en la planta piloto de biorreactores de membrana con módulo de 2,79 m² en el experimento 6
Figura 171. Evolución MLSS y MLSSV del experimento 6 en el BRM 301
Figura 172. Evolución de la temperatura en el interior del reactor biológico en el BRM en el experimento 6
Figura 173. Evolución de la presión transmembrana en el inicio del ciclo de filtrado, final del ciclo de filtrado y en el ciclo de contralavado en el experimento 6 303
Figura 174. Permeabilidad inicial o anterior a contralavado y permeabilidad final o posterior al contralavado del experimento 6
Figura 175. Porcentaje de recuperación de permeabilidad de las membranas debido al contralavado del experimento 6
Figura 176. Evolución de DQO y DBO ₅ del influente del biorreactor de membranas en el experimento 6
Figura 177. Evolución de DQO y DBO ₅ del efluente del biorreactor de membranas en el experimento 6
Figura 178. Evolución del pH del influente y del efluente en el experimento 6 308
Figura 179. Evolución de la conductividad del influente y del efluente en el experimento 6
Figura 180. Evolución del pH y conductividad del licor mezcla del biorreactor de membranas en el experimento 6
Figura 181. Evolución de los compuestos nitrogenados en forma de amonio, nitritos y nitratos a la entrada del biorreactor de membranas o influente durante el experimento

Figura 182. Evolución de los compuestos nitrogenados en forma de amonio, nitritos y nitratos a la salida del biorreactor de membranas o efluente durante el experimento 6.
Figura 183. Evolución del total de compuestos nitrogenados en forma de amonio, nitritos y nitratos expresados como concentración de nitrógeno tanto a la salida del biorreactor de membranas o efluente, como en el influente, durante el experimento 6.
Figura 184. Evolución de los sólidos en suspensión (SS) y sólidos en suspensión volátiles (SSV) del influente de entrada del biorreactor de membranas en el experimente 6
Figura 185. Evolución de los sólidos en suspensión (SS) y sólidos en suspensión volátiles (SSV) del efluente de salida del biorreactor de membranas en el experimento 6.
Figura 186. Análisis de tamaño y distribución de partículas del efluente durante el experimento 6
Figura 187. Coliformes fecales detectados en el influente, biorreactor de membrana y efluente durante el experimento 6
Figura 188. Coliformes totales detectados en el influente, biorreactor de membrana y efluente durante el experimento 6
Figura 189. Coliformes fecales, totales y heterótrofos detectados en el influente durante el experimento 6
Figura 190. Evolución de la concentración media de oxígeno en el biorreactor de membranas durante el experimento para la obtención del alfa-factor en el experimento 6 usando oxígeno puro
Figura 191. Evolución de la concentración media de oxígeno en el biorreactor de membranas durante el experimento para la obtención del alfa-factor en el experimento 6 usando aire
Figura 192. Tratamiento matemático para la obtención del coeficiente de transferencia de masas conducente a la obtención del alfa-factor del experimento 6 usando oxígeno puro
Figura 193. Tratamiento matemático para la obtención del coeficiente de transferencia de masas conducente a la obtención del alfa-factor del experimento 6 usando aire 32.
Figura 194. Fotografía de las muestras de membranas antiguas y nuevas para realizars el SEM (Microscopía electrónica)32.
Figura 195. Fotografía de las muestras de membranas nuevas para realizarse el SEM (Microscopía electrónica)
Figura 196. Análisis de SEM de las membranas nuevas a resolución de 100 µm 32
Figura 197. Análisis de SEM de la biopelícula formada en las membranas nuevas a resolución de 10µm32.
Figura 198. Análisis de SEM de la biopelícula formada en las membranas nuevas a

Figura 199. Fotografía de las muestras de membranas antiguas para realizarse el SEM (Microscopía electrónica) antes de limpieza química
Figura 200. Análisis de SEM de las membranas antiguas a resolución de 100µm (detalle 1)
Figura 201. Análisis EDX de las membranas antiguas (detalle 1)
Figura 202. Análisis de SEM de la superficie de las membranas antiguas a resolución de 50µm (detalle 2)328
Figura 203. Análisis de SEM del interior de las membranas antiguas a resolución de 500µm
Figura 204. Análisis de SEM del interior de las membranas antiguas a resolución de 10µm
Figura 205. Análisis de SEM de la superficie de las membranas antiguas después de limpieza química a resolución de 2µm
Figura 206. Análisis de SEM de la superficie de las membranas antiguas después de limpieza química a resolución de 50µm
Figura 207. Análisis de SEM de la superficie de las membranas antiguas después de limpieza química a resolución de 20µm
Figura 208. Análisis de SEM del interior de las membranas antiguas después de limpieza química a resolución de 2µm
Figura 209. Análisis de SEM de la superficie de las membranas antiguas después de limpieza química con cítrico a resolución de 2µm
Figura 210. Análisis de SEM de la superficie de las membranas antiguas después de limpieza química con cítrico a resolución de 300µm
Figura 211. Análisis EDX de las membranas antiguas (detalle 2)
Figura 212. Análisis EDX de las membranas antiguas (detalle 3)
Figura 213. Análisis de SEM del interior de las membranas antiguas después de limpieza química con cítrico a resolución de 500µm335
Figura 214. Concentración de MLSS frente a la viscosidad en los experimentos 1, 2, 3, 4, 5 y 6
Figura 215. % recuperación en el experimento 4, 5 y 6, a) tras contralavado frente a MLSS, b) tras contralavado frente a viscosidad, c) tras limpieza química frente a MLSS, d) tras limpieza química frente a viscosidad
Figura 216. Comparación entre porcentajes de recuperación de permeabilidad después de limpieza química respecto a la viscosidad, usando oxígeno puro y aire durante la investigación de fondo, diferenciando entre las membranas nuevas y antiguas
Figura 217. Recuperación de permeabilidad después de limpieza química en función de la permeabilidad inicial cuando se usó oxígeno puro y aire durante la investigación de fondo
Figura 218. Tratamiento matemático de la influencia de la temperatura en la eliminación de fango cuando se usó oxígeno puro

Figura 219. Relación experimental existente entre el TRC teórico y el TRC experimental en función de la temperatura cuando se usó oxígeno puro
Figura 220. Eficiencia de eliminación de fangos frente a TRC cuando se usó oxígeno puro
Figura 221. Comparativa del caudal de purga real y producción de fango real con los calculados a partir de la ecuación de caudal de purga obtenida cuando se usó oxígeno puro
Figura 222. Relación de MLSSV/MLSS en función del TRC en todos los experimentos de la investigación de fondo cuando se uso oxígeno puro
Figura 223. Tratamiento matemático de la influencia de la temperatura en la eliminación de fango cuando se usó aire
Figura 224. Relación experimental existente entre el TRC teórico y el TRC experimental en función de la temperatura cuando se usó aire
Figura 225. Eficiencia de eliminación de fangos frente a TRC cuando se uso aire 363
Figura 226. Comparativa del caudal de purga real y producción de fango real con los calculados a partir de la ecuación de caudal de purga obtenida cuando se usó aire 364
Figura 227. Relación de MLSSV/MLSS en función del TRC en todos los experimentos de la investigación de fondo cuando se uso aire
Figura 228. Coeficientes cinéticos de lisis (k _d) y de hidrólisis (k _h) durante el experimento 4 usando oxígeno puro
Figura 229. Coeficientes cinéticos de lisis (k _d) y de hidrólisis (k _h) durante el experimento 6 usando oxígeno puro
Figura 230. Constante de Monod (k _M) y coeficiente de carga (Y) durante el experimento 4 usando oxígeno puro
Figura 231. Constante de Monod (k_M) y coeficiente de carga (Y) durante el experimento 6 usando oxígeno puro
Figura 232. Coeficientes cinéticos de lisis (k_d) y de hidrólisis (k_h) alcanzados durante los experimentos 4, 5 y 6 usando oxígeno puro
Figura 233. Coeficientes cinéticos de lisis (k_d) y de hidrólisis (k_h) alcanzados durante los experimentos 4, 5 y 6 usando aire
Figura 234. Coeficientes cinéticos de hidrólisis (k _h) durante los experimentos 4, 5 y 6 usando oxígeno puro y aire
Figura 235. Coeficientes cinéticos de lisis (kd) durante los experimentos 4, 5 y 6 usando oxígeno puro y aire
Figura 236. Gráfico de CANOCO que estudia TRC, MLSS y temperatura en condiciones de estado estacionario como parámetros frente μ_{max} , k_d , k_h como variables.
Figura 237. Comparación de rendimiento de nitrificación frente a los sólidos en suspensión en el licor mezcla usando oxígeno puro y aire durante los experimentos 3, 5 y 6

Figura 238. Gráfico de CANOCO que estudia condiciones de estado estacionario como pará variables. a) Parámetros operacionales. b) Par	metros frente r_{NH4}^+ , μ_{maxNH4}^+ y K_{NH4}^+ como
Figura 239. Gráfico Canoco para el estudio de operacionales en las de diseño	v
Figura 240. Comparación entre alfa-factor fre mezcla (MLSS) a tiempos de retención hidráu puro	lico de 18 y 12 horas usando oxígeno
Figura 241. Comparación entre alfa-factor fre mezcla (MLSS) a tiempos de retención hidráu aire	



1. PLANTEAMIENTO DEL PROBLEMA

Para iniciar la presentación de la siguiente memoria de Tesis se hará un planteamiento exhaustivo del problema a tratar y estará dividido en dos grandes apartados.

El primero será una introducción a la problemática existente con las aguas residuales, viendo los problemas medioambientales que pueden causar y los posibles tratamientos de depuración que pueden llevarse a cabo para remediarlo, siendo el tratamiento de fangos activos el más utilizado a nivel mundial, por lo que se verá el funcionamiento a grandes rasgos de este tratamiento y los posibles problemas que puede tener su explotación. Se hará especial hincapié en el proceso de tecnologías de membranas, tanto en su construcción como en su funcionamiento y se describirán los distintos tipos de membranas que existen en el mercado y los distintos parámetros que se suelen utilizar para su control así como las distintas variables de diseño.

El segundo apartado ahondará en la situación actual de la técnica de los biorreactores de membrana. Se verán los fundamentos del proceso de la tecnología de membranas.

1.1. INTRODUCCIÓN

Como se ha comentado anteriormente esta introducción inicial nos da una idea de la problemática existente de las aguas residuales urbanas, los tratamientos biológicos son apropiados para la eliminación de la contaminación en este tipo aguas, se profundizará en este tipo de tratamientos para ver el fundamento del proceso, centrándose inicialmente en el proceso de fangos activos para concluir con los problemas que se pueden originar en la explotación de estas plantas de tratamiento de aguas residuales. Seguidamente se estudiarán las tecnologías basadas en membranas para la mejora de los tratamientos convencionales de aguas residuales, para ello se

profundizará en los fundamentos del proceso de los biorreactores de membrana y las variables de diseño más características.

1.1.1. Aguas residuales urbanas, características y problemática.

Como paso previo al estudio de los diferentes métodos de tratamiento es preciso conocer lo que es el agua residual y cuáles son sus características definitorias. Se puede definir como agua residual aquella que procede del empleo de un agua natural o de la red en un uso determinado. La eliminación del agua residual se conoce como vertido.

El desarrollo de la teoría del germen a cargo de Koch y Pasteur en la segunda mitad del siglo XIX marcó el inicio de una nueva era en el campo del saneamiento. Antes de estos estudios no se había profundizado demasiado en la relación existente entre contaminación y contaminantes (Metcalf y Eddy, 2000).

Las aguas residuales, además de patógenos, contienen otras muchas sustancias contaminantes; definir de una forma exacta lo que es un agua residual es complejo, ya que está en función de las características que se den en cada población o industria, y también depende del sistema de recogida que se emplee, bien sea por llevar aguas unitarias o separativas o bien si la red es por gravedad o por impulsión.

Debido a la diversidad de procedencias de estas aguas, en las que además no se deben excluir efluentes industriales en la mayoría de los casos, la composición de las mismas es muy variable dependiendo además de la procedencia del suministro, consumos de agua, régimen alimenticio, hábitos, etc. (C.O.I.A.C.C., 1993).

Las zonas residenciales, los centros comerciales y las de equipamiento, constituyen las principales fuentes de generación de aguas residuales urbanas, por lo tanto, la cantidad de agua residual depende directamente de la cantidad de población, por ello es muy típico hacer una determinación del caudal del agua residual en función de la población equivalente. Aunque en núcleos con polígonos industriales contribuyen con una carga contaminante más o menos importante, las industrias con alta

contaminación deben tener su propia planta o, como el caso de PULEVA en Granada, tener establecido un concierto donde se depuren sus aguas en la depuradora de la ciudad.

La composición de las aguas residuales puede ser muy variable, pues depende de muchos factores; en la Tabla 1 se pueden apreciar unos valores típicos de parámetros físico-químicos de aguas residuales urbanas en función del grado de contaminación.

Tabla 1. Composición típica del agua residual urbana (Metcalf y Eddy, 2000).

		Concentración		
Contaminantes	Unidades	Débil	Media	Fuerte
Sólidos totales	mg/L	350	720	1200
Disueltos totales	mg/L	250	500	850
Sólidos en suspensión	mg/L	100	220	350
Sólidos sedimentables	mg/L	5	10	20
Demanda Biológico de oxígeno a los 5	mg/L	120	240	480
días D.B.O. ₅				
Carbono orgánico total (COT)	mg/L	80	160	290
Demanda química de oxígeno (DQO)	mg/L	300	600	1200
Nitrógeno total	mg/L	20	40	85
Orgánico	mg/L	8	15	35
Amonio	mg/L	12	25	50
Nitritos	mg/L	0	0	0
Nitratos	mg/L	0	0	0
Cloruros	mg/L	30	50	100
Sulfato	mg/L	20	30	50
Alcalinidad	mg/L	50	100	200
Grasa	mg/L	50	100	150
Coliformes totales	N°/100 mL	$10^6 - 10^7$	$10^7 - 10^8$	$10^7 - 10^9$
Compuestos orgánicos volátiles (COVs)	mg/L	<100	100-400	>400

1.1.2. Tratamientos biológicos

Una vez conocidas las características del agua residual y analizadas todas las necesidades y legislación a aplicar, es necesario conocer los diferentes sistemas para cumplirlos.

Los tratamientos biológicos, en particular los microbiológicos, ganaron la partida a los procesos químicos justo detrás del intento de descontaminación de río Támesis en el siglo XIX, donde estos últimos procesos quitaron el gran hedor del río, pero no lo descontaminaron, por lo tanto tuvieron en un principio como objetivo la eliminación de la materia orgánica de las aguas residuales y posteriormente se les ha ido dando otros usos como son la eliminación de nitrógeno amoniacal mediante un proceso de nitrificación, la eliminación de nitrógeno mediante procesos de desnitrificación-nitrificación o la eliminación de fósforo introduciendo en el proceso una parte anaerobia.

Se da a continuación una clasificación de los sistemas en función del coste de explotación, fundamentalmente:

1) Bajo Coste:

Procesos Naturales, tales como lagunajes, lechos de turba e infiltraciones en el terreno. Este último sistema fue el primero que se proyectó en España en la depuración de Valladolid (XIX), que tenía una necesidad de terreno filtrante de 3 m y 350 Ha.

2) Medio Coste:

Son fundamentalmente los procesos de biopelícula destacando entre estos los lechos bacterianos y los biorrotores.

3) Alto Coste:

También llamados, convencionales, siendo los procesos de fangos activos en todas sus versiones. Se utilizó en principio la media carga, desde principios del Siglo XX. Más tarde los de baja carga, bien con el proceso de estabilización-contacto, como el de oxidación prolongada, siendo esta la más utilizada actualmente , y por último desde los años 80 los procesos de fangos activos de doble etapa donde una alta carga precede a una media carga. En España es a finales de los 80 cuando se construye la primera planta que fue la de Las Palmas de Gran Canaria. Estos sistemas consta de:

- Pretratamiento que tiene dos partes bien definidas, el desbaste y el desarenado-desengrasado, y no se contabiliza ningún tipo de rendimiento.
- Tratamiento primario: Que está en grandes instalaciones de fangos activos o de sistemas de biopelícula con un 30% de rendimiento en DBO₅ y un 65% en SS. Al igual que el anterior es un proceso físico.
- Tratamiento secundario. Suele ser de naturaleza biológica. El rendimiento de eliminación de materia orgánica suele estar entre el 60-90%.
- Tratamiento terciario. De naturaleza biológica. La finalidad es bajar la carga orgánica residual y, en algunos casos, los nutrientes, estando estos obligados por el Decreto 271, en zonas sensibles.

Se puede explicar el metabolismo microbiano para aguas residuales dividiendo las reacciones bioquímicas en cuatro etapas (Ronzano y Dapena, 2002).

Etapa I: La DBO rápidamente biodegradable, debida a compuestos solubles y constituidos por moléculas simples, pasa directamente a través de la membrana celular y se metaboliza a alta velocidad.

Etapa II: La DBO debida a las materias en suspensión y a los coloides, que representa la mayor parte de la DBO lentamente biodegradable, es adsorbida sobre las células con un efecto de almacenamiento sobre la membrana citoplasmática. Esta DBO debe ser transformada previamente en moléculas más simples para poder ser asimilada por la célula. Esta síntesis en moléculas más simples se realiza en la pared celular y es llevada a cabo por encimas con una velocidad de síntesis relativamente lenta en comparación con la de DBO rápidamente biodegradable; esta transformación en moléculas simples es el factor limitante en esta reacción de transformación bioquímica.

Etapa III: Producción de masa activa: Una fracción de la DBO metabolizada se transforma en materia del nuevo protoplasma celular y la fracción que queda se utiliza para la producción de la energía necesaria para la síntesis o es perdida en forma de calor. En aguas residuales la masa activa producida en relación con la DBO consumida es constante.

Etapa IV: Oxidación de masa activa. De forma simultánea a la oxidación y producción de energía, hay una pérdida neta de masa activa llamada pérdida de masa endógena. El 80% de la materia asimilada queda completamente oxidada, quedan como productos CO₂ y H₂O y el 20% restante es no degradable y queda como residuo.

Antes de finalizar este apartado hay que indicar que entre los sistemas de bajo coste y de medio coste, existen otros como las lagunas aireadas y entre los de biopelícula y los convencionales están los lechos inundados. De igual forma hay otros sistemas avanzados con el mismo principio que el de los fangos activos, como son los reactores de membranas sumergidas que se explicarán más adelante y los lechos fluidificados.

1.1.3. Objetivos y esquema general del tratamiento biológico

Como se ha comentado anteriormente, el objetivo principal del tratamiento biológico es la reducción de la materia orgánica presente en el agua residual, y en

determinados casos, la eliminación de nutrientes. Teniendo en cuenta el metabolismo microbiano y el crecimiento cinético, un esquema del proceso biológico que ocurre en una planta de tratamiento de agua residual sería el que se muestra en la Figura 1.

Los microorganismos presentes en el tratamiento biológico utilizan moléculas pequeñas y simples tales como ácido acético, etanol, metanol, glucosa, amonio, etc. Ésta sería la materia fácilmente biodegradable. Gracias a este consumo de sustrato por parte de los microorganismos se produce el metabolismo celular y, por lo tanto, el crecimiento biológico.

La materia lentamente biodegradable serían moléculas de gran tamaño que mediante encimas extracelulares producidas por los microorganismos son hidrolizadas en materia fácilmente biodegradable. Debido al crecimiento biológico existe una determinada biomasa encargada de llevar a cabo el proceso de depuración.

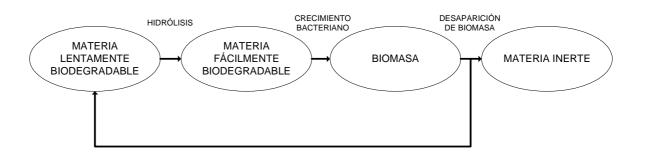


Figura 1. Transformaciones biológicas en plantas de tratamiento.

Finalmente, la etapa de desaparición de biomasa es debida a tres razones: cuando la aportación de energía externa es menor que la necesaria para el mantenimiento energético de las células, éstas obtienen la energía mediante la degradación de reservas energéticas existentes en el interior de las células, lo que produce una disminución de biomasa (metabolismo endógeno) y cuando todas las reservas endógenas se han agotado las células mueren; otra causa de desaparición de biomasa es la predación, organismos superiores en la cadena trófica como pueden ser rotíferos, protozoos, hongos, algas, etc., que utilizan las bacterias como alimento; la última causa es la muerte y lisis: cuando las células mueren se produce la rotura de la pared celular y el citoplasma y otros constituyentes pasan al medio donde tras sufrir

un proceso de hidrólisis, se convierten en sustrato para otros organismos. Los compuestos más complejos permanecen como residuo orgánico inerte debido a que prácticamente no se solubilizan, Además en la biomasa quedarán recogidos aquellos componentes inorgánicos que no sean solubles, generando de esta forma el fango del proceso.

1.1.4. Fangos activos

Uno de los principales y más extendidos procesos de tratamiento biológico de cultivo en suspensión empleados para la eliminación de materia orgánica es el proceso de fangos activos. Estro proceso fue desarrollado por Ardern y Lockett en 1914.

Este proceso se basa en la introducción del influente o residuo orgánico en el reactor donde se mantiene un cultivo bacteriano aerobio en suspensión que mediante respiración se obtienen productos finales sencillos y desprendimiento de energía.

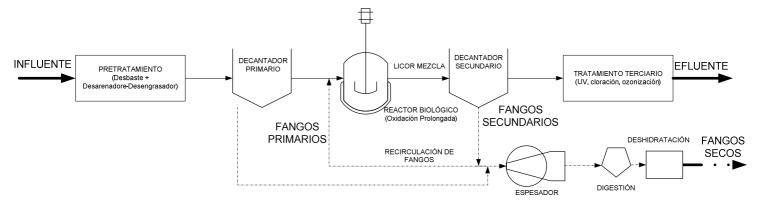


Figura 2. Esquema de planta de tratamiento de fangos activos.

El método clásico de diseño es con criterios basados en los kg de DBO₅ aplicados por m³ de reactor y día (carga volumétrica) o bien por kg de microorganismos presentes en el reactor (carga másica); también se considera el tiempo de retención hidráulico en el reactor como parámetro de diseño (Tabla 2).

Tabla 2. Procesos de fangos activos en función de la carga másica para aguas residuales urbanas típicas (García, 2010).

PROCESO	C _m , (kg DBO ₅ /kg	Velocidad	Rendimiento
	MLSS día)	ascensional	μ, %
		$m^3/(m^2 h)$	
Alta Carga	2-12	0,8-1,2	70-50%
Media Carga	0,25-0,60	0,5-0,8	92-86%
Oxidación prolongada	0,05-0,10	0,5-0,8	93-97%

Se han desarrollado ecuaciones basadas en los conceptos de balance de masas y cinética de crecimiento microbiano para el diseño de plantas de fangos activos como son los sucesivos modelos publicados por la IWA (Henze *et al.*, 1987; Henze *et al.*, 1995). A lo largo de los últimos años se han diseñado plantas haciendo uso de las mencionadas ecuaciones cinéticas, pero siempre utilizando los criterios y parámetros que tienen su base en la experiencia como son la carga másica, tiempo de retención hidráulico y el tiempo de retención celular.

1.1.5. Ventajas del uso de tecnologías de membrana

En poblaciones menores a 40.000 habitantes equivalentes se usa fundamentalmente sistemas de fangos activos biológicos convencionales de oxidación prolongada, sin embargo los sistemas de biorreactor de membrana sumergida (BRM) permiten la posibilidad de mejorar a los procesos de fangos activos convencionales pudiéndose incrementar el caudal de entrada a tratar de las plantas o bien aceptar mayor concentración de contaminación orgánica. En este sentido la ampliación de las plantas municipales puede resolver los problemas derivados de que la capacidad de tratamiento de las plantas de tratamiento de aguas residuales sea demasiado pequeña con respecto a la estimación de crecimiento poblacional. Además el espacio requerido para las nuevas plantas que apliquen los sistemas de BRM es mucho menor que el requerido en plantas de tratamiento de fangos activos debido a que no es necesaria la decantación secundaria y, lo que es más, esta tecnología de tratamiento de aguas

residuales produce un permeado que se puede reutilizar directamente (Côté et al., 2004).

La tecnología de BRM es apropiada tanto para el tratamiento de agua residual doméstica como para agua residual industrial (Stephenson *et al.*, 2002, Van der Roest *et al.*, 2002). Debido a la alta calidad del efluente y al tamaño reducido de estas plantas, son perfectamente adaptables a condiciones donde: la implantación sea en medios protegidos; el tratamiento de efluentes industriales complejos necesitan operar con una alta edad del fango; además producen un efluente de alta calidad para reutilización a un coste razonable en aplicaciones específicas; y donde la limitación espacial de la zona no permita el tamaño de una planta convencional o su ampliación (Tazi-pain *et al.*, 2002). También esta tecnología es apropiada en el caso de municipios con alta variabilidad de población estacional, en algunos municipios el caudal a tratar puede llegar a multiplicarse por dos, ya que los biorreactores de membrana pueden hacer frente a altas variaciones de carga.

Uno de los aspectos fundamentales es la aireación del proceso ya que representa uno de los mayores costes de energía, La aireación se utiliza para suministrar oxígeno disuelto a la biomasa, para mantener a los sólidos en suspensión y para mejorar la limpieza de la membrana (Germain *et al.*, 2007). Luego cuando se dan aumentos súbitos de sólidos a tratar o aumente la carga, también aumentarán las necesidades de aire, por esta razón se plantea el uso de oxígeno puro para suplir esta necesidad ya que el uso de oxígeno puro incrementa significativamente la fuerza impulsora de la transferencia de oxígeno con respecto al aire, debido a que aumenta el gradiente de concentración de oxígeno en la interfase gas-líquido

Por otro lado la reutilización del agua residual tratada es limitada debido a la presencia de microorganismos patógenos obligando al uso de un tratamiento terciario; los BRM son capaces de reducirlos mediante el empleo de membranas de ultrafiltración o microfiltración que retienen bacterias y además tienen un alto rendimiento en eliminación de virus. El uso de membranas para retirar coliformes fecales incrementa la calidad del permeado comparado con los métodos convencionales como la cloración, ozonización o radiación ultravioleta, debido a que

los primeros generan subproductos que pueden ser posiblemente tóxicos para los seres humanas y organismos acuáticos, por ejemplo los trihalometanos que afectan a la calidad del efluente (Chow *et al.*, 1979, Cooper *et al*, 1986) y la radiación UV muchas veces no es eficaz en aguas residuales por la baja transmitacia que puede presentar este tipo de agua.

1.1.6. Fundamentos de la tecnología de membranas

La depuración de aguas residuales consiste esencialmente en eliminar sustancias contaminantes presentes en el agua para devolverla con la mayor calidad y seguridad posible. Por tanto, la búsqueda de un efluente de calidad es uno de los objetivos de la depuración de aguas residuales. Los tratamientos de aguas residuales han sufrido una evolución en los últimos tiempos con la irrupción en el mercado de la tecnología de membranas, que permiten obtener un agua de calidad muy superior a la obtenida por medio de las tecnologías convencionales. (AWWARF, LE, WRCSA, 2001).

Los sistemas BRM consisten en hacer pasar el agua del reactor biológico por una membrana que separa componentes debido a su tamaño, dejando pasar agua y reteniendo sustancias cuyo tamaño sea mayor que el paso de luz que presentan los poros de la membrana, por tanto, y resumiendo mucho, se trata de un tipo de filtración, y que según el poro existen de micro y de ultrafiltración (0,1 y 0,01 µm respectivamente).

La filtración se define como la separación de dos, o más, componentes de un fluido. En su uso convencional, normalmente nos referimos a separación de sólidos, partículas insolubles de líquidos o corrientes gaseosas. La filtración con membranas, extiende esta aplicación, incluyendo la separación de sólidos disueltos y partir de aquí, los procesos de membranas, son usados comúnmente, para eliminar un amplio rango de materias, desde sales a microorganismos. Una membrana se puede definir como una película delgada que separa dos fases y actúa como barrera selectiva al transporte de materia (AWWARF, LE, WRCSA, 2001).

Los BRM ofrecen algunas ventajas frente a los procesos de tratamiento de aguas residuales. Sin embargo el ensuciamiento de la membrana es la limitación más importante al desarrollo de este proceso (Bouhabila *et al.*, 2001).

Aunque existe gran interés en esta tecnología y su introducción en el mercado probablemente aumentará significativamente, todavía hay una falta de entendimiento en los procesos clave como los atascamientos selectivos de canales de la membrana y la ciencia del limpiado de membrana (Judd, 2007). De alguna manera el pretratamiento e incluso un tratamiento primario deben de ser estudiado y considerados en el proceso; lo que implica un especial cuidado en la línea de fangos.

A pesar del inconveniente del ensuciamiento de la membrana, desde el punto de vista operacional, la predicción del tiempo antes de que alcance el ensuciamiento total e irreversible junto con un adecuado protocolo de limpieza puede ser de gran utilidad y ayudar a esta tecnología a establecerse (Saroj *et al.*, 2008).

Los procesos de membrana se pueden clasificar según sus características de operación atendiendo al tamaño de poro y la presión a la cual operan. A medida que tenemos un poro más pequeño, se va incrementado la presión aplicada para separar el agua de la materia. El tipo de proceso de filtración, nos vendrá determinado por el objetivo del tratamiento del agua. Los procesos más comunes, que emplean membranas y sus rangos de filtración en los cuales operan se representan en la figura que podemos ver a continuación (Figura 3):

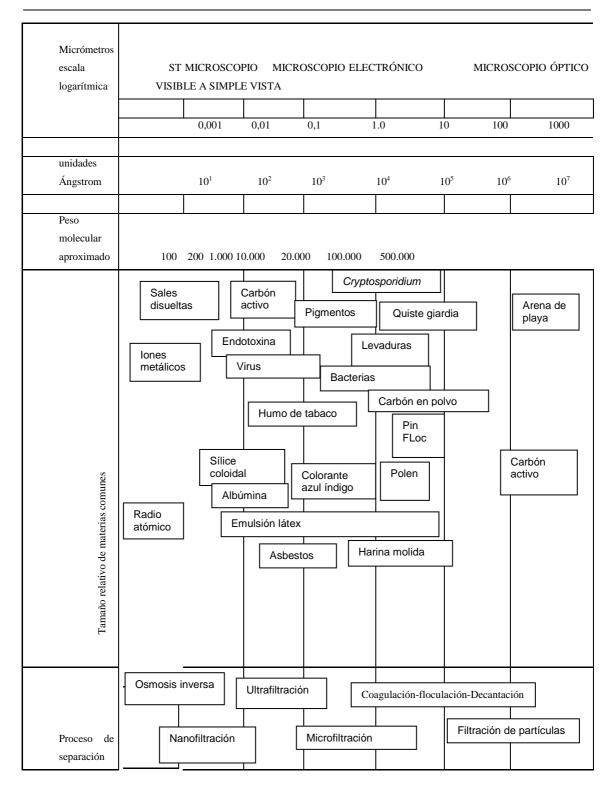


Figura 3. Procesos de membrana y sus rangos de filtración. (Poyatos, 2007)

El repentino interés de la utilización de membranas en el tratamiento de aguas residuales urbanas e industriales viene dado por varios factores (Poyatos, 2007):

- Nuevas exigencias en la calidad de las aguas.
- Ampliación de depuradoras en un mismo espacio reducido, en un mismo espacio reducido. Amentando caudal o carga contaminante a tratar.
- Necesidad de reutilización.

Así, el avance en materia legal y del control de vertidos en aguas residuales hace, o tiende a hacer, más restrictivos los límites legales de calidad de las aguas, por lo que, a veces y bajo determinadas circunstancias, los tratamientos convencionales no llegan a tener la calidad que debiesen, obligando a usar afinos y tratamientos terciarios. Por lo tanto, es interesante la posibilidad de usar nuevas tecnologías que permitan obtener un efluente con la calidad de agua regenerada de muy buena calidad, y reutilizable en todos los subapartados del R.D. 1620, exceptuando la recarga de acuíferos.

1.1.7. Generalidades de los biorreactores de membrana

Un biorreactor de membrana para el tratamiento de las aguas residuales se diferencia básicamente de un sistema de fangos activos en la forma de realizar la separación sólido-líquido. En un proceso de fangos activos la separación de los fangos se realiza normalmente por decantación. En un biorreactor de membrana la separación agua/Licor mezcla se realiza con una membrana de microfiltración o de ultrafiltración. Al no depender de la decantabilidad del fango se puede aumentar la concentración de biomasa respecto al proceso convencional de fangos activos con lo que podemos reducir el volumen del reactor, manteniendo la carga másica del proceso biológico (Cabeza *et al.*, 2005). De igual forma para un reactor determinado se puede aceptar una mayor carga, lo que nos dice que bien el caudal o la concentración de contaminación o ambas son posibles de incrementarse.

Los biorreactores de membrana pueden ser de membranas sumergidas en el reactor o de membranas externas. Los biorreactores de membrana externos se caracterizan por emplear módulos de membrana conectados a una corriente externa, lo cual crea una mayor necesidad energética debido a la necesidad de altas presiones

y altos flujos volumétricos y lo que es más costoso e importante, mantener un alto caudal de recirculación con el reactor, que permita igualar en lo más posible los MLSS de ambos lugares. En los biorreactores de membrana externos existe siempre un retardo entre la demanda de energía de bombeo y de flujo. Para hacer el flujo lo mayor posible se requiere una alta presión transmembrana combinada con un alto caudal. Además estos biorreactores son más propensos al ensuciamiento que los biorreactores sumergidos debido a que un alto caudal da como resultado menores permeabilidades, debido a que la suciedad aumenta con el incremento del flujo. Los biorreactores de membrana sumergidos no emplean líquido bombeado para la filtración, caso de los BRM externos, sino que se introduce la membrana en el licor mezcla para aumentar la superficie y favorecer la transferencia de masa de líquido a través de la membrana. A pesar de que inicialmente los BRM externos eran los más extendidos por ser la primera configuración con la que se empezó a trabajar, actualmente los BRM sumergidos son los más utilizados debido a su menor consumo energético y mayores flujos de filtración. (Judd *et al.*, 2006).

El agua atraviesa las membranas de micro o de ultrafiltración donde quedan retenidos los sólidos suspendidos, coloides y microorganismos. La ausencia de sólidos en suspensión en el efluente aumenta la calidad del agua tratada, al mismo tiempo que posibilita su reutilización directamente o después de un proceso de ósmosis inversa. (Metcalf *et al.*, 1995).

Actualmente se están desarrollando modificaciones al sistema para mejorar el rendimiento y disminuir la presión transmembrana como puede ser un pretratamiento de macrofiltración por biofiltros, birreactores de adsorción o rellenar el 10% del reactor con espuma de poliuretano para minimizar el ensuciamiento o incremento de presión transmembrana. (Guo *et al.*, 2008).

Los biorreactores de membrana presentan muchas ventajas, las más destacadas son: la calidad del agua tratada, el tamaño compacto de la instalación, la menor producción de fangos y la flexibilidad de operación. En un BRM la calidad del agua tratada no depende de la sedimentabilidad del fango, este factor es especialmente importante en la depuración de efluentes industriales donde es muy común la

aparición de microorganismos filamentosos o la desnitrificación en el decantador secundario. (Cabeza *et al.*, 2005), impidiendo una correcta sedimentabilidad del fango, necesaria en procesos de Fangos Activos.

Además los BRM poseen una gran capacidad de afrontar grandes variaciones de carga, concretamente debido a la retención de biomasa total de la membrana sea cual sea el estado de floculación de la biomasa. (Lebegue *et al.*, 2008). Y lo que es más importante, el tener una mayor inercia acepta mayor concentración de inhibidores y una menor relación de biodegradabilidad.

Junto con estas aplicaciones, la ultrafiltración puede también emplearse para eliminar color del agua y retener materia orgánica.

La ultrafiltración retiene sólidos, y en general, sustancias de elevado peso molecular, dejando pasar sales y moléculas de bajo peso molecular, dependiendo esto del peso molecular de corte (PMC) de la membrana. Se obtiene un efluente libre de contaminantes tras quedar estos retenidos en la membrana, y un rechazo en el que se acumulan todas las sustancias que no han sido capaces de atravesarla, rechazo que se recoge y se le dará un tratamiento adecuado.

Cada cierto tiempo se observa un aumento de presión en la membrana, por el ensuciamiento que sufre, en el que los sólidos que se quedan retenidos en la superficie obturan los poros y dificultan el paso del agua. La presión aumenta y podría llegar a romper la membrana. Para evitar esto, en muchas de las tecnologías de BRM utilizadas, cada cierto tiempo se procede a realizar un contralavado, en el que se hace pasar parte del agua del perneado, a presión, en contracorriente, bien sola o ayudada con aire, para eliminar la torta de fango que se ha quedado pegada. Esto devuelve la presión casi al nivel inicial, pero siempre hay incrustaciones, crecimiento bacteriano, que no se eliminan con el contralavado por lo que hay que proceder a una limpieza química, para eliminar incrustaciones y cualquier otro elemento que obturen los poros. Esta limpieza química consiste en hacer pasar un agente limpiador químico a través de la membrana, los tipos de productos químicos usados para la limpieza

química dependen de la naturaleza de la membrana, su resistencia a la tensión química y la composición del material ensuciador.

Las membranas orgánicas (que ocupan la inmensa mayoría del mercado para Tratamiento de Aguas Urbanas), que tienen resistencia química muy variable en función de la naturaleza de los polímeros usados en su formulación, se limpian generalmente usando una mezcla de agente quelante, detergente y oxidante cuando es posible.

Se emplean los siguientes productos, solos o combinados, con el fin de eliminar compuestos específicos (Judd, 2006):

- Ácidos fuertes y ácidos orgánicos complejos, para disolver óxidos metálicos, hidróxidos y carbonatos
- Hidróxido sódico, a elevada temperatura o a temperatura ambiente, a concentraciones que permitan un pH entre 10-12. Se usa para eliminar materia orgánica por un mecanismo de hidrólisis alcalina.
- Oxidantes, como hipoclorito sódico o peróxido de hidrógeno, se usan para oxidar macromoléculas orgánicas.
- Surfactantes y detergentes, generalmente combinados con quelantes (por ejemplo el EDTA) son usados para disminuir la tensión superficial y para formar complejos con metales y el calcio.
- Sulfito sódico, que se usa como agente preservativo bacteriostático para conservación de módulos, aunque también puede usarse por sus propiedades reductoras y ácidas para disolver óxidos metálicos.

Existen varios tipos de configuración de membranas y para aplicaciones diferentes:

Membranas en espiral. Permiten que el agua a filtrar recorra toda la membrana y sea recogida en un canal central. Consiste en dos hojas de membranas separadas por un polímero de refuerzo textil. El material de la membrana está pegado en espiral en un cartucho cilíndrico (Figura 4). Reduce costos de energía al reducir requerimientos de bombeo. Se puede operar a altas presiones y altas temperaturas. Como desventajas presenta la necesidad de cambiar la membrana completa y su contenedor una vez que se ha contaminado, y que presenta problemas al tratar líquidos viscosos o con alta concentración de partículas. Esta configuración de membrana suele utilizar membrana de ósmosis inversa y comúnmente su utilizan para desalación.

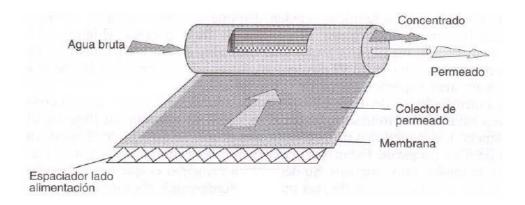


Figura 4. Sistema de membrana en espiral. (Hontoria, 2003)

Membranas de placa y bastidor (Plate and frame), presentan hojas de membranas planas, pegadas, lo que permite una cierta flexibilidad. Las unidades típicas consisten en una serie de membranas pegadas a ambos lados del plato (Figura 5). El número de platos de un módulo limita la cantidad de flujo que se puede tratar en el sistema. Esta configuración de membrana suele admitir altas concentraciones de sólidos en suspensión, por lo que se suelen utilizar membranas de microfiltración y de ultrafiltración.

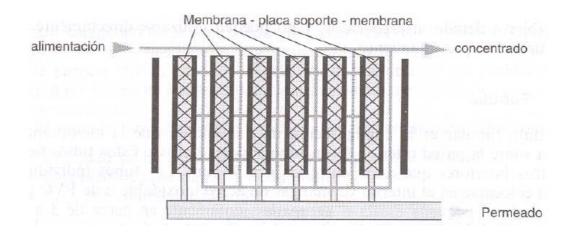


Figura 5. Esquema de configuración de membrana de placa y bastidor. (Hontoria, 2003)

Membranas Tubulares, en este sistema la membrana está en el interior de un tubo, de diámetro 0,6 a 2,5 cm (Figura 6). La ventaja principal de este sistema es que sus orificios permiten manejar partículas más grandes y trabajar con influentes con grandes concentraciones de partículas, siendo su taponamiento mínimo. La desventaja está en el coste asociado al reemplazo de los tubos. Al igual que en el caso anterior son ampliamente utilizados como membranas de microfiltración y ultrafiltración.

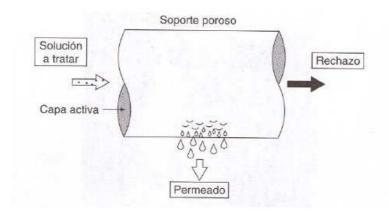


Figura 6. Esquema de circulación de flujo de membranas tubulares. (Hontoria, 2003)

- Membranas Fibra Hueca, son pequeños capilares, lo que nos da una cantidad de área de filtración muy amplia comparado con las otras configuraciones, lo que proporciona gran efectividad en la filtración. Una de las formas de funcionamiento es que el filtrado pasa al interior de la fibra quedando el retenido en el exterior, de esta forma se pueden tratar influentes con gran concentración de sólidos en suspensión (Figura 7). Se evita un ensuciamiento rápido de la membrana mediante una corriente de aire y/o agua de forma tangencial a la superficie, y a través de retrolavados, haciendo pasar agua ya tratada a contracorriente, con lo cual se suelen utilizar membranas de microfiltración y de ultrafitración con esta configuración.

Otra forma de trabajar con esta configuración es con filtración de dentro hacia fuera, quedando el retenido en el interior de la membrana, siendo utilizada esta configuración con membranas de ósmosis inversa, fundamentalmente para eliminar sales del agua, ya que no contiene altas concentraciones de sólidos en suspensión.

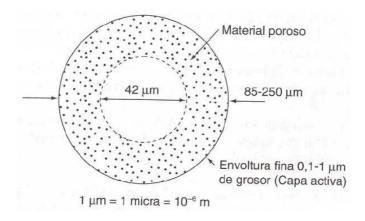


Figura 7. Sección transversal de membrana de fibra hueca. (Hontoria, 2003)

Además de los problemas no técnicos que puede presentar esta tecnología de membranas es su precio, es una tecnología relativamente cara, pero es cierto que su precio se ha ido reduciendo mucho a lo largo de los últimos años y las previsiones que se manejan es que sigan reduciéndose.

1.1.8. Parámetros operacionales de los biorreactores de membrana.

Al utilizar una membrana para realizar la separación sólido-líquido, hace que exista una serie de conceptos operacionales relacionados con el funcionamiento de los biorreactores de membrana. Estos conceptos son el de carga

hidráulica, carga hidráulica crítica, rechazo, permeabilidad, presión transmembrana y recuperación de la membrana.

La Figura 8 representa un esquema del funcionamiento de una membrana donde se tendrá un caudal de entrada (Qe) con una concentración total inicial del soluto que se quiere separar (Ce), al producirse la separación entre las dos fases, se quedarán dos corrientes. La corriente de rechazo (Qr), que tendrá mayor concentración en el soluto que se quiere separar (Cr) y la corriente de permeado (Qp), con una concentración menor en el producto que se pretenda separar (Cp).

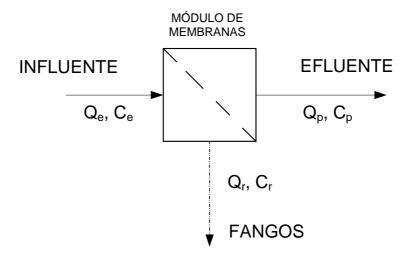


Figura 8. Esquema de módulo de membrana.

Aplicando un balance de materia al sistema de la Figura 8, se puede observar como actúa una membrana de forma general:

Balance de materia total (Ecuación 1):

$$Qe = Qp + Qr \tag{1}$$

Balance de materia del soluto del sistema (Ecuación 2):

$$Qe \cdot Ce = Qp \cdot Cp + Qr \cdot Cr \tag{2}$$

Para tratamiento de aguas residuales, considerando que lo que se pretende separar son los sólidos en suspensión, para membranas con tamaño de poro relativamente bajo como pueden ser las de microfiltración y ultrafiltración, se puede considerar que todas las partículas quedan, retenidas con la membrana, siendo Cp=0, quedando el balance anterior de la siguiente forma (Ecuación 3):

$$Qe \cdot Ce = Qr \cdot Cr \tag{3}$$

En el caso de los biorreactores de membrana, la membrana (BRM) actuará como medio por el cual se hace una separación sólido líquido aplicando un gradiente de presión para vencer la resistencia que opone la membrana al medio, de modo que el 99% de las partículas quedan retenidas con la membrana (Hasar *et al.*, 2001; Mansell *et al.*, 2004).

A continuación se describen algunos de los parámetros comúnmente utilizados en procesos con tecnología de membranas.

Carga hidráulica o flujo

La carga hidráulica o flujo (C_H o J) se define como el caudal de filtrado considerando la superficie de la membrana con el que filtra este caudal (Ecuación 4).

$$J = C_H = \frac{Qp}{S_{membrana}} \tag{4}$$

Normalmente se expresa en unidades del sistema internacional (m³/m²s), o en unidades de LMH (l/m²h).

Se puede introducir el concepto de carga hidráulica neta en el caso de que en el funcionamiento del filtrado se realicen contralavados periódicos, teniendo en cuenta los tiempos de filtrado y contralavado la expresión sería (Ecuación 5):

Planteamiento del Problema

$$Jnet = \frac{J \cdot tp - Jb \cdot p}{tp + p} \tag{5}$$

J: flujo de filtrado.

Tp: tiempo de filtrado.

Jb: flujo de contralavado.

τp: tiempo de contralavado.

Carga hidráulica crítica o flujo crítico

El concepto de carga hidráulica o flujo crítico fue introducido por Field *et al.* (1995). Es la carga hidráulica en la cual en la membrana se produce un incremento de presión transmembrana muy rápido, dejando de ser proporcional la carga hidráulica a la presión transmembrana por lo que siempre habrá que trabajar por debajo de la carga hidráulica crítica que viene determinada por la membrana que se utilice, ya que si se trabajara por encima de pequeños incrementos de flujo implicaría fuertes incrementos de presión transmembrana pudiéndose romper la membrana.

Rechazo.

Se define rechazo como la relación entre la carga retenida y la de entrada, teniendo en cuenta los balances de materia realizados a partir de la Figura 8; considerando la aproximación $Qe \approx Qp$, se puede expresar el término de rechazo de la siguiente forma (Ecuación 6):

$$R = 1 - \frac{Cp}{Ce} \tag{6}$$

Cp: Concentración de soluto en el perneado.

Ce: Concentración soluto entrada.

Presión transmembrana.

La presión transmembrana (ΔPTM) es la presión existente entre las dos caras de la membrana, y por lo tanto es el gradiente que hará filtrar el agua a través de ésta.

El cálculo de la presión transmembrana se realiza dependiendo de qué tipo de membrana se utilice en función de cómo se haga el filtrado, que puede ser de dos formas, filtrado directo (Figura 9 (a)) o filtrado tangencial (Figura 9 (b)).

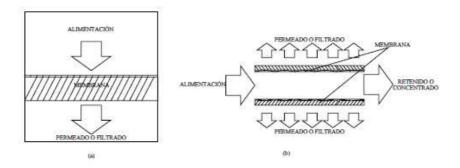


Figura 9. (a) Filtración directa (b) Filtración tangencial (Poyatos, 2007).

En la filtración directa lo que se realiza es un filtrado frontal a la membrana (Figura 9 (a)), con lo cual el rechazo queda retenido en el lado donde se produce la alimentación provocando un aumento de concentración en el retenido con el tiempo. En estos casos la presión transmembrana (ΔPTM) se calcula como la diferencia de presión entre el lado de la alimentación (P_e) y el lado del permeado (P_p) (Ecuación 7).

$$\Delta PTM = Pe - Pp \tag{7}$$

Pe: presión de alimentación.

Pp: presión de perneado.

En la filtración tangencial lo que se realiza es una alimentación en dirección tangente a la superficie de la membrana (Figura 9(b)), con una determinada presión de alimentación (P_a), que originará una presión en la superficie de la membrana y

ésta será la presión transmembrana en este caso, que cambiará a lo largo del conducto de alimentación, quedando una presión en el rechazo (P_r) residual. Por lo tanto se puede calcular la presión transmembrana considerando la presión que queda en el permeado (P_p) de la siguiente forma (Ecuación 8):

$$\Delta PTM = \frac{Pe - \Pr}{2} - Pp \tag{8}$$

Pe: Presión de alimentación.

Pr: Presión de retenido.

Pp: Presión permeado

Considerando que la presión de permeado normalmente será presión atmosférica, la expresión anterior quedaría de la siguiente forma (Ecuación 9):

$$\Delta PTM = \frac{Pe + Pr}{2} - Patm \tag{9}$$

Permeabilidad.

El concepto de permeabilidad (K) se define como la cantidad de caudal que puede filtrar la membrana por superficie y por presión (Ecuación 10).

$$K = \frac{J}{\Delta PTM} = \frac{Q}{S_{membrana} \cdot \Delta PTM} \tag{10}$$

Las unidades que se suelen utilizar en el cálculo de la permeabilidad son LMH bar⁻¹(l m⁻²h⁻¹bar⁻¹)

Recuperación de la membrana

La recuperación de la membrana hace referencia a las limpiezas químicas y contralavado, es decir, es la permeabilidad que es capaz de recuperar la membrana tras la limpieza química o el contralavado. En este término de permeabilidad se

considera la permeabilidad virgen de la membrana (Kv), que es la permeabilidad que tiene la membrana cuando no ha sido utilizada nunca.

Recuperación de la membrana sin considerar la permeabilidad virgen (Ecuación 11):

$$R(\%) = \frac{Kf - Ki}{Kf} \tag{11}$$

 $K_{f\cdot}$ - permeabilidad final tras limpieza química o contralavado $K_{i\cdot}$ -permeabilidad inicial, previa a la limpieza química o contralavado

El término R(%) indica como de eficaz ha sido la limpieza química efectuado en la membrana.

Recuperación de la membrana considerando permeabilidad virgen (Ecuación 12):

$$Rr(\%) = \frac{Kf - Ki}{Kf - Ki} \tag{12}$$

El término Rr(%) indica en que estado de degradación se encuentra la membrana desde su uso inicial.

1.1.9. Parámetros operacionales de los biorreactores de membrana, Disposición de las membranas.

En este apartado se verá el tipo de biorreactores en función de la disposición de la membrana, donde existen dos disposiciones bien diferenciadas. Si se encuentra la membrana en el interior del reactor biológico son biorreactores de membrana sumergidos, si el módulo de membranas se encuentra en el exterior del reactor biológico son biorreactores de membrana externos (Stephenson *et al.*, 2002; Melin *et al.*, 2006).

En los biorreactores de membrana sumergida (Figura 10), la membrana se encuentra situada en el mismo reactor biológico, está en contacto directo con el licor mezcla de éste, la fuerza impulsora a través de la membrana es alcanzada presurizando el biorreactor o creando presión negativa; succionando en el lado filtrado de la membrana (Côte *et al.*, 1997; Buisson *et al.*, 1998; Rosenberger *et al.*, 2002). La limpieza de la membrana se puede realizar a través de frecuentes contralavados con agua tratada más aire y, ocasionalmente, mediante contralavados con o sin soluciones químicas. Generalmente se coloca un difusor de aire justo debajo del módulo de la membrana para suministrar el aire necesario para homogeneizar el contenido del tanque, del proceso biológico y para la propia limpieza de la membrana. En la Figura 10 a) se presenta un esquema explicativo de este tipo de configuración

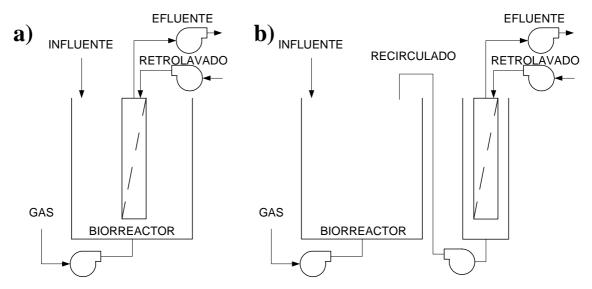


Figura 10. a) Biorreactor de membrana sumergida. b) Biorreactor de corriente lateral.

Las ventajas e inconvenientes de este tipo son:

• Mayor coste de aireación, debido a que las membranas sumergidas en el licor mezcla necesitan una corriente de aire tangencial a ésta; dicha corriente crea un régimen turbulento alrededor de la membrana que hará que el ensuciamiento no sea tan rápido; para crear esta corriente de aire se necesita de burbuja gruesa, por lo que el rendimiento de este tipo de aireación es mucho menor que la aireación por burbuja fina, más idónea para la transferencia de oxígeno al licor mezcla.

- Menor coste de bombeo que los biorreactores con la membrana externa, debido a que la membrana se encuentra dentro del licor mezcla y se ahorra el bombeo.
- Menor cantidad de líquido permeado en el caso de membrana interna, pues se necesita en este tipo de sistemas una mayor superficie de membrana que en los sistemas de membrana externa.
- Requiere menor frecuencia de limpieza debido a la creación del flujo turbulento de aire y a los retrolavados periódicos que se realizan.
- Capital inicial invertido mayor en el caso de membranas internas; al necesitar mayor superficie de membrana para filtrar el mismo caudal, se incrementan los costes de instalación.

La configuración de BRM externo o con recirculación (Figura 10 b)) implica que el licor de mezcla es bombeado desde el biorreactor hasta la unidad de membrana que se dispone externamente al reactor biológico. La fuerza impulsora es la presión creada por la alta velocidad del flujo a través de la superficie de la membrana (Cicek *et al.*, 1998; Chang *et al.*, 2002). Posteriormente se hará una recirculación al reactor biológico del licor mezcla ya concentrado.

Las ventajas e inconvenientes en este tipo de sistemas son los siguientes (Gander *et al.*, 2000a):

- Menor coste de aireación que los sitemas de membrana sumergida debido a
 que todo el aire suministrado se lleva a cabo con burbuja fina, de ahí que el
 rendimiento en la transmisión de oxígeno sea mayor en este sistema.
- Mayores costes de bombeo, debido a que la membrana se encuentra en depósito externo.
- Mayores frecuencias de lavado, debido a un ensuciamiento más rápido de la membrana.

1.1.10. Eficiencia de aireación

1.1.10.1. Análisis del coeficiente de transferencia de masas $(K_L a)$

La capacidad de aireación de un sistema para transferir oxígeno viene caracterizada por el parámetro "k_La". Este parámetro es difícil de medir en condiciones de funcionamiento de la planta. La técnica que Chatellier *et al.* (2001) deduce la "k_La" con una medida de un único sensor de bajo coste; dos medidores de flujo y un medidor de oxígeno.

El flujo de oxígeno se expresa usando los coeficientes de interfase líquida, $(K_L, \text{ m/s})$ y gas, $(K_G, \text{ m/s})$. Se usa uno u otro dependiendo de las concentraciones que se puedan medir, siendo la de mayor facilidad de medida la de la fase líquida. También hay que tener en cuenta la superficie de transferencia, influenciada fuertemente por la geometría del sistema y por el tamaño de burbuja, el parámetro que tiene en cuenta esta influencia se le denomina "área interfacial" $(a, m^2/m^3)$.

Teniendo en cuenta estos dos parámetros, el área y la transferencia de oxígeno dependiente de las características del licor mezcla, la ecuación general para describir la transferencia es la representada en la Ecuación 13 (Judd, 2006):

$$\frac{dC}{dt} = K_L a \cdot (C_S - C) \tag{13}$$

K_I a: Coeficiente de transferencia de materia.

Cs: concentración de oxígeno saturado.

C: Concentración de oxígeno en la fase líquida.

Esta ecuación cuantifica la variación de concentración de oxígeno en el licor mezcla en el tiempo cuando se da una diferencia de concentraciones en una interfase, quedando representada la resistencia del medio a la transferencia de oxígeno con el parámetro de coeficiente de transferencia de masas (K_La) y como

fuerza de impulsión la diferencia de concentraciones entre la máxima concentración alcanzable o concentración de saturación (C_S) y la concentración instantánea de oxígeno (C).

Las características de la biomasa y el diseño del sistema de aireación impactan directamente en la transferencia de oxígeno (Mueller *et al*, 2002). Se ha encontrado que las interrelaciones entre aireación y muchas facetas del sistema son complejas. Esta compleja relación se cuantifica normalmente mediante un factor (Judd, 2006). En el presente estudio definiremos la relación alfa entre agua residual y agua limpia como se muestra en la Ecuación 14.

$$\alpha = \frac{K_L a_{agua \text{ lim } plia}}{K_L a_{agua \text{ lim } plia}} \tag{14}$$

Pudiendo apreciarse así la eficacia del proceso de aireación en condiciones de operación con Licor Mezcla con respeto a la eficiencia de la aireación cuando se utiliza agua limpia, apreciando de esta forma la efectividad del uso de oxígeno puro bajo nuestras condiciones de ensayo.

Teniendo en cuenta la Ecuación 13 la diferencia C_S – C frente al tiempo deriva en la siguiente integral (Ecuación 15):

$$\int_{C_0}^C \frac{dC}{C_s - C} = K_L a \cdot \int_0^t dt \tag{15}$$

Evaluando las ecuaciones resulta en la Ecuación 16:

$$C = C_S - (C_S - C_O)e^{-K_L a}$$
 (16)

Donde C₀ es la concentración inicial de oxígeno.

Evaluando el logaritmo se obtiene la Ecuación 17 que ya está linealizada:

$$\ln(C_S - C) = \ln(C_S - C_0) - K_L a \cdot t = cons \tan te - K_L a \cdot t$$
 (17)

Donde C_s es la concentración de saturación, C_0 la concentración inicial de oxígeno disuelto (8 mg/L) y C la concentración de oxígeno disuelto en cada instante.

El coeficiente de la capa líquida (K_L) y el área interfacial (a) expuesta a la trasferencia en el volumen de líquido dado son imposibles de medir individualmente. Sin embargo juntarlos los dos como un único coeficiente K_L a si hace posible tener una medida analítica para cuantificar la eficiencia de la trasferencia de oxígeno del sistema de aireación objeto de estudio.

Por otro lado existe bibliografía donde la constante de transferencia de oxígeno que se utiliza es la $\alpha k_{\rm L} a$, que es un parámetro de caracterización de la capacidad de aireación del sistema. Este método ya ha sido aplicado satisfactoriamente (Raymundo *et al.*, 2001). Se relaciona con el caudal de oxígeno transferido al líquido según la siguiente ecuación dada por Chatellier *et al.*, (2001) (Ecuación 18):

$$F = V\alpha k_1 a \left(C^* - C\right) \tag{18}$$

Donde F es el flujo de oxígeno transferido (kgO_2/h) , C^* (kgO_2/L) es la concentración de oxígeno disuelto saturado y C (kgO_2/L) es la concentración de oxígeno disuelto.

La Ecuación 19 representa el balance de masas del oxígeno del reactor:

$$V\frac{dC}{dt} = V\alpha k_L a(C^* - C) - \phi - QC$$
(19)

V es el volumen del tanque de aireación con suministro de oxígeno puro, Φ es el caudal de oxígeno consumido por la biomasa y Q es el caudal que pasa a través del tanque de aireación. Raimundo *et al* (2001) establecieron un método para

evaluar $\alpha k_{\rm L} a$ basado en el análisis de la evolución en la concentración de oxígeno disuelto.

Aplicando el Balance de Materia al sistema cuando se está desarrollando la operación y teniendo en cuenta la acumulación se obtiene la ecuación para el cálculo de $\alpha k_{\rm L}a$. Tomado un tiempo t1 justo después de comenzar la aireación y un tiempo t2 justo después de pararlo donde $\alpha k_{\rm L}a$ es entonces igual a cero y asumiendo que $\Phi 1$ es igual a $\Phi 2$ se obtiene la siguiente ecuación de $\alpha_k {\rm L}a$ (Ecuación 20):

$$\alpha k_L a = \frac{\left[\frac{dC}{dt}\right)_{t1} - \frac{dC}{dt}\right)_{t2} - \frac{Q(t_2)C(t_2)}{V}}{C^*}$$
(20)

Se puede definir la alfa entre agua residual y agua limpia como se muestra en la Ecuación 21:

$$\alpha = \frac{\alpha K_L a_{aguaresidual}}{\alpha K_L a_{aguarim phia}} \tag{21}$$

Pudiendo apreciarse así la eficacia del proceso de aireación en condiciones de operación con Licor Mezcla con respeto a la eficiencia de la aireación cuando se utiliza agua limpia, apreciando de esta forma la efectividad del uso de oxígeno puro bajo nuestras condiciones de ensayo.

Midiendo la concentración de oxígeno disuelto mediante un balance de masas al descender la concentración de oxigeno disuelto también se puede obtener el valor del coeficiente de transferencia de masas (K_La) en el reactor (Damayanti *et al.*, 2010). La concentración de saturación (C_s) de una sustancia en difusión, en este caso oxigeno, se obtiene aplicando la Ley de Henry a temperatura del experimento o dejando oxigenando durante un periodo suficientemente largo.

La siguiente figura (Figura 11) muestra un ejemplo de diagrama de oxígeno frente al tiempo para el cálculo del coeficiente de transferencia de masa K_L a.

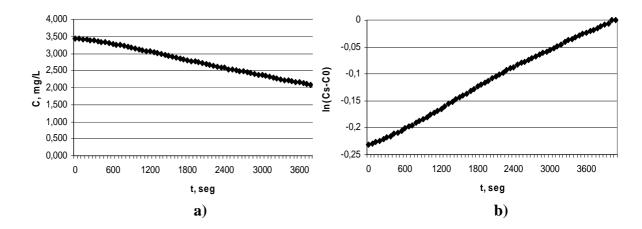


Figura 11. a) Evolución de concentración de oxígeno típica en el biorreactor de membrana con respecto al tiempo después de parar el aporte de oxígeno. b) Evolución de $ln(C_s-C_0)$ con respecto al tiempo para el cálculo de K_La .

1.1.10.2. Influencia de la temperatura

El coeficiente de transferencia de materia obtenido a temperatura ambiente ha de corregirse a 20°C para su normalización en los cálculos posteriores de rendimientos de transferencia de oxígeno y su cuantificación, para poder comparar transferencias a distintas condiciones de operación, para ello hay que tomar la medida de temperatura cuando se hace el experimento al inicio y final del experimento usando la media de temperatura del experimento para su corrección, la ecuación la Ecuación 22:

$$k_L a_{(T)} = k_L a_{(20^{\circ}C)} \phi^{(T-20)}$$
 (22)

Donde T es la temperatura (°C) y φ una constante. Los valores de φ típicos se encuentran entre 1,015 y 1,04 siendo 1,024 el estándar en ASCE (Iranpour *et al.*, 2000) para la corrección de temperatura.

1.1.10.3. Influencia de orgánicos disueltos

El parámetro que cuantifica el efecto de sales y partículas en la eficiencia de transferencia de oxígeno, es decir, en la concentración de saturación se define como β (Ecuación 23) (Judd, 2006):

$$\beta = \frac{C_{aguaresidual}^*}{C_{agua\ limpia}^*} \tag{23}$$

Es decir, la relación de concentraciones de saturación entre el agua limpia y el licor mezcla.

1.1.10.4. Concentración de saturación de oxígeno

La concentración de saturación del oxígeno se define como el valor en equilibrio a un tiempo infinito con la concentración en la fase gas la cual es también la concentración en la interfase ya que el gradiente de la cara gas es insignificante.

1.1.10.5. Parámetros que afectan a la aireación

Las características de la biomasa así como el diseño del sistema de aireación impactan en la transferencia de oxígeno (Mueller *et al.*, 2002).

"K_La" está correlacionado con las propiedades físicas del medio (viscosidad aparente y tensión superficial de la fase líquida. Para obtener unos buenos resultados es necesario asegurar una buena precisión de los valores experimentales, los cuales se pueden obtener empleando los métodos en estado estacionario y en estado no estacionario. (Badino *et al.*, 2001)

La concentración de partículas, el tamaño de partícula y la viscosidad son los principales parámetros característicos de la biomasa que tienen efecto en la

transferencia de oxígeno. Estos tres parámetros y la aireación están íntimamente interrelacionados. Especialmente la concentración de sólidos modifica la viscosidad. La viscosidad está correlacionada exponencialmente con la concentración de sólidos, luego un cambio en la concentración de sólidos afectará en gran medida a la viscosidad. Existe una relación directa entre la concentración de partículas y la viscosidad, manteniendo la concentración de partículas baja, se mantiene baja la viscosidad, lo que conduce a una mejora de la transferencia oxígeno. (Germain *et al.*, 2007a).

En bibliografía existen muchas correlaciones entre la transferencia de oxígeno y las características del sistema biológico aeróbico en tratamiento de aguas. (Fujie *et al.*, 1992; Abbassi *et al.* 1999; Chang, 2000; García-Ochoa *et al.*, 2000; Hebrard *et al.*, 1999; Badino *et al.* 2001; Ozbek and Gayik 2001; Klein *et al.*, 2002), sin embargo estas correlaciones son difíciles de extrapolar a otros sistemas que no sean para los que se han determinado, debido a las especiales características de la concentración de MLSS de los Reactores Biológicos que dependen del agua residual en los que se ha generado.

Existen experimentos que demuestra el alfa factor decrece cuando aumenta los MLSS, aunque la correlación depende de los factores específicos del sistema. (Schwarz *et al*, 2006). Se ha estudiado el impacto relativo de varias características de la biomasa en la transferencia del oxígeno. De las características estudiadas sólo la concentración de sólidos (correlacionada con la viscosidad), la fracción de hidratos de carbono de los EPS (sustancias libres poliméricas) y la DQO de los productos microbiológicos solubles (SMP) afectan a los parámetros de transferencia del oxígeno "k_La₂₀" (el coeficiente de transferencia del oxígeno) y el alfa factor. La influencia relativa en la k_La₂₀ fue MLSS>aireación>EPS>SMP y en el alfa factor es MLSS>SMP>EPS>aireación, siendo la aireación la última debido a que la aireación afecta tanto al fango activo como al agua de grifo de la misma manera. (Germain *et al.*, 2007b).

Una alta concentración de MLSS incrementa en gran medida la energía para la transferencia de oxígeno e incrementa el riesgo de formación de espumas en exceso

en los módulos de membrana y aireadores (Krampe *et al*, 2003). Alfa factores medidos en instalaciones BRM reales suelen estar en torno a 12 kg/m³ de MLSS. (Cornel *et al*. 2003). La eficiencia de aireación y la energía de entrada requerida de entrada parece tener un valor limitante de concentración MLSS de unos 15 g/L. (Nieuwenhuijzen *et al.*, 2008)

A escala real existen valores de alfa factor a un típico MLSS de 12 kg/m³ de 0,6±0,1. También se ha demostrado que la aireación de burbuja fina es el sistema más eficiente (unas tres veces más eficiente) que el oxígeno dispuesto comparado a un sistema de burbuja gruesa. (Cornel *et al.*, 2003). Esto ocurre ya que la aireación de burbuja fina da como resultado un sistema más eficiente ya que las burbujas finas favorecen un mayor contacto interfacial incrementando el término a del coeficiente de transferencia del oxígeno "k_La". (Germain *et al.*, 2007a).

Por último, es importante resaltar que un aumento en la agitación del sistema resulta en un incremento de aireación del sistema lo cual da como resultado una eficiencia mayor en la transferencia de oxígeno y una mejora de la productividad de la biomasa. (Jin *et al*, 2001).

1.1.11. Ciclo del nitrógeno

Como se ha comentado anteriormente, los compuestos nitrogenados están muy presentes en las aguas residuales urbanas e intervienen en el tratamiento biológico que se puede realizar a esta agua.

Todos los organismos requieren nutrientes para vivir y crecer. A pesar de que en el aire que se respira hay abundancia de N₂ no está al alcance para el uso de los organismos. La razón reside en el fuerte enlace triple entre los átomos N en las moléculas de N₂. En la naturaleza el nitrógeno es un elemento que se puede encontrar de forma inorgánica y orgánica. De forma inorgánica como N₂, NH₄⁺, NO₂⁻ y NO₃⁻, se encuentra, por tanto, en muchos estados de oxidación, que van desde -3 en el NH₄⁺ a +5, en el NO₃⁻. El porcentaje de nitrógeno que se encuentra cada uno de ellos varía por una serie de transformaciones biológicas, físicas o químicas, encontrándose en

equilibrio en la naturaleza. Estas transformaciones son: fijación, asimilación, amonificación, nitrificación y desnitrificación, entre otras. Es difícil valorar las cantidades de nitrógeno presentes en los distintos compartimentos de la biosfera, con excepción de la atmósfera donde se encuentra presente en un 79% (Prescott *et al.*, 1999), y en los compuestos nitrogenados de origen industrial que son de 4 a 5 veces más abundantes que aquéllos que provienen de la fijación biológica del nitrógeno atmosférico (Figura 12).

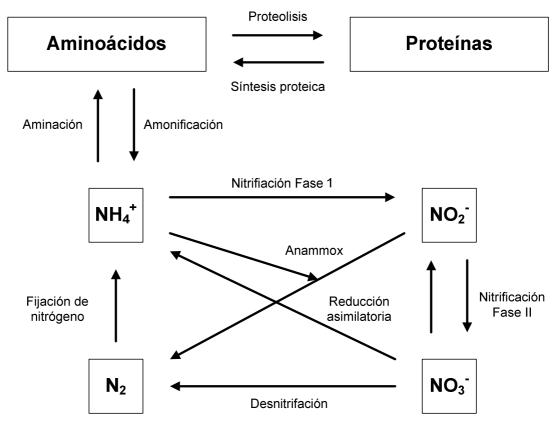


Figura 12. Ciclo del nitrógeno modificado (Gómez y Hontoria, 2003).

Los iones de nitrógeno inorgánico, amonio, nitrito y nitrato, se encuentran como sales muy solubles en agua; en la exosfera se encuentran diluidos en soluciones acuosas, formando pequeños depósitos de reciclado activo. En climas templados, la materia orgánica presente en los suelos, el humus, constituye una abundante reserva de nitrógeno relativamente estable, que pasa a estar disponible para los organismos vivos tras su mineralización.

El mecanismo de amonificación representa cuantitativamente el mayor flujo en el ciclo del nitrógeno. El amoníaco, en su estado ionizado (NH₄⁺) es fácilmente asimilable por los vegetales y por la mayoría de los microorganismos, y se incorpora de nuevo a los compuestos orgánicos. No obstante, en presencia de oxígeno, un amplio grupo de procariotas, las bacterias nitrificantes quimiolitotróficas, obtienen energía oxidando el NH₄⁺ a través de varios intermediarios.

La fijación del nitrógeno es un proceso en el cual el N_2 se convierte en amonio. Éste es esencial porque es la única manera en la que los organismos pueden obtener nitrógeno directamente de la atmósfera.

$$N_2 \rightarrow NH_4^+$$

La nitrificación ocurre en dos fases:

$$NH_4^+ \rightarrow NO_2^- \rightarrow NO_3^-$$

El proceso de nitrificación consiste en los sucesivos pasos de oxidación del amonio que se convierte en nitrito y posteriormente en nitrato (nitrificación en Fase I y II respectivamente). La nitrificación requiere la presencia de oxígeno; por consiguiente, puede suceder solamente en ambientes ricos de oxígeno, como las aguas que circulan o que fluyen. El proceso de nitrificación tiene algunas importantes consecuencias: los iones de amonio tienen carga positiva y por consiguiente se adhieren a partículas y materias orgánicas del suelo que tienen carga negativa. La carga positiva previene de que el nitrógeno del amonio sea barrido del suelo por las lluvias. Por otro lado, el ión de nitrato con carga negativa no se mantiene en las partículas del suelo ya que puede percolar llevando a una disminución de la fertilidad del suelo y a un enriquecimiento de nitratos a las aguas corrientes subterráneas y por consiguiente a las superficiales. El nitrato ha sido considerado como la forma más conveniente de nitrógeno inorgánico para los vegetales, en gran parte debido a que es el compuesto nitrogenado predominante en los ambientes óxicos como los terrenos agrícolas además de lo anteriormente expuesto (Gómez y Hontoria, 2003).

En condiciones anóxicas se aprecia una consecuencia indirecta posterior a la nitrificación, cifrada en que el nitrato puede actuar como receptor de electrones sustituyendo al oxígeno en gran número de bacterias del suelo, por un proceso respiratorio que se denomina reducción desasimilativa de los nitratos. Algunas de las formas más reducidas de nitrógeno producidas así, son gaseosas, y la pérdida consiguiente de nitrógeno gaseoso del sistema se conoce como desnitrificación.

A través de la desnitrificación, las formas oxidadas de nitrógeno como el nitrato y el nitrito (NO_2^-) se convierten en nitrógeno (N_2) y, en menor medida, en gas óxido nitroso.

La desnitrificación es un proceso anaeróbico llevado a cabo por las bacterias que desnitrifican y que convierten el nitrato en nitrógeno con la siguiente secuencia:

$$NO_3^- \rightarrow NO_2^- \rightarrow NO \rightarrow N_2O \rightarrow N_2$$

La bacteria Anammox es una bacteria autótrofa que oxida el amonio mediante el nitrito como aceptor de electrones y con CO₂ como fuente de carbono. Esta bacteria presenta una alta eficiencia de eliminación de nitrógeno y no necesita de ningún aceptor de electrones adicional como en otros procesos, por eso en los últimos tiempos ha suscitado gran interés (Kimura *et al.*, 2011).

El conocimiento del ciclo del nitrógeno es importante ya que hay que evitar la eutrofización. La eutrofización es un problema de calidad del agua derivada del vertido de las aguas residuales al medio. Consiste en un proceso en el que el agua se enriquece de oxígeno, provocando un aumento de plantas acuáticas. La muerte y sedimentación de las plantas provoca el aumento de la demanda de oxígeno de los sedimentos, lo cual tiende a reducir los niveles de oxígeno disuelto. Los efectos de la eutrofización, que pueden ser negativos para la vida acuática, se deben a las grandes variaciones de los niveles de oxígeno disuelto entre día y noche como consecuencia de la fotosíntesis. (Metcalf y Eddy, 2000).

Para evitar la eutrofización se debe evitar el vertido de nitrógeno al medio en forma de nitrito, nitrato y amonio, además de otros nutrientes.

Con el objetivo de regularizar el vertido de nitrógeno al medio ambiente y evitar los efectos perjudiciales de dicho vertido se desarrolló la Directiva 91/271/CEE relativa al tratamiento de las aguas residuales urbanas y la procedente de determinadas industrias, donde existen restricciones de cantidades de N y P que se puede verter al medio catalogado como sensible.

Las medidas correctoras a adoptar dependen de las aguas receptoras del vertido, es decir, a la sensibilidad a la eutrofización. Estas zonas sensibles se clasifican en los siguientes grupos (Real Decreto –Ley 4/2007),:

- Lagos de agua dulce naturales, otros medios de agua dulce, estuarios y aguas costeras que sean eutróficos o que podrían llegar a ser eutróficos en un futuro próximo si no se adoptan medidas de protección.
- Aguas superficiales destinadas a la obtención de agua potable, que podrían contener una concentración de nitratos superior a la que establecen las disposiciones pertinentes de la Directiva 75/440/CEE, relativa a la calidad requerida para las aguas superficiales destinadas a la producción de agua potable en los Estados miembros, si no se toman medidas de protección.
- Zonas en las que sea necesario un tratamiento adicional para cumplir las directivas europeas.

1.1.12. Cinética de crecimiento

Una manera de explicar la generación de biomasa y la velocidad con que ésta se genera es mediante la cinética de crecimiento microbiana. Un proceso de crecimiento celular implica el consumo de sustratos que suministren la energía y la materia prima necesaria para la síntesis del material celular y demás productos del metabolismo. El crecimiento celular obedece a las leyes de la conservación de la

materia; los átomos de carbono, nitrógeno, oxígeno, y demás elementos se reordenan en los procesos metabólicos de las células, de manera que la cantidad total incorporada coincide con la que aparece en el entorno. Esto hace factible el planteamiento de balances de materia y de energía en los procesos de crecimiento celular, expresados de forma general en proceso aeróbicos como:

Fuente de C + Fuente de N +
$$O_2$$
 + minerales + nutrientes específicos \rightarrow Masa celular + Subproductos + CO_2 + H_2O

Se hace la consideración de célula promedio, que consiste en aceptar que todas las células de una población son iguales y que se comportan de la misma forma (esta aproximación es la más comúnmente utilizada). Considerando un reactor discontinuo de mezcla perfecta, el crecimiento de las células tiene lugar dentro del reactor, y se detiene cuando hay algún tipo de limitación.

La velocidad con la que crece la biomasa se puede calcular mediante un balance entre la generación de fango y la velocidad de muerte de los microorganismos. En plantas de tratamiento de aguas residuales de baja carga las concentraciones de sustrato y las bajas velocidades de crecimiento tienen como consecuencia que la velocidad de muerte puede ser significativa a tiempos de retención celular altos. La muerte de bacterias produce materia orgánica soluble y biodegradable que luego es metabolizada por el resto de bacterias (Helle, 1999; Ribes et al., 2004).

Muchas de las ecuaciones que se usan para obtener los parámetros cinéticos de los microorganismos se basan en el modelo de Monod (Ecuación 24):

$$\mu = \mu_{MAX} \frac{S}{K_M + S} \tag{24}$$

Donde K_M es la constante de Monod y S es la concentración de sustrato. μ es la velocidad específica de crecimiento y se define según la Ecuación 25:

$$\mu = \frac{dX}{dt} \frac{1}{X} \tag{25}$$

Donde X es la concentración de microorganismos. El coeficiente de carga (Y) se define como la relación entre el incremento de microorganismos y el sustrato consumido (Ecuación 26):

$$Y = -\frac{dX/dt}{dS/dt} = -\frac{dX}{dS} = -\frac{r_g}{r_{su}}$$
 (26)

Donde r_g es la velocidad de crecimiento celular y r_{su} es la utilización de sustrato.

Balance al sustrato y microorganismos

Un proceso biológico es en términos simples una reacción microbiológica donde el sustrato se degrada cuando ciertos organismos crecen. El diseño de un reactor biológico puede abordarse como un biorreactor simple asimilado a un reactor mezcla perfecta, o a un reactor flujo pistón, en este último caso también se puede asimilar a varios Reactores Mezcla Perfecta en serie.

La ecuación de volumen puede obtenerse mediante un balance general referido al sustrato y debe tenerse en cuenta las ecuaciones cinéticas para caracterizar completamente el sistema. Esta es la fórmula de un balance general aplicable a cualquier variable de un proceso:

Cuando la concentración de sustrato es igual a cero el cambio de concentración en la biomasa se debe solamente a la muerte de microorganismos, por lo que se puede obtener la siguiente Ecuación 27:

$$\frac{dX}{dt} = -k_d X \tag{27}$$

Donde k_d es el coeficiente de muerte microbiana en días⁻¹. La velocidad de crecimiento celular (rg') neto se obtiene según la Ecuación 28 deducida de las ecuaciones anteriores:

$$rg' = \mu \cdot X - k_d \cdot X = \mu_{\text{max}} \frac{S}{K_M + S} \cdot X - k_d \cdot X \tag{28}$$

Mediante un balance al sustrato se determina la constante de hidrólisis y la velocidad de utilización de sustrato (Ecuación 29) (Metcalf y Eddy, 2000):

$$r_{su} = \frac{dS}{dt} = \frac{r_g}{Y} = \frac{\mu_{\text{max}}}{Y} \frac{S}{K_M + S} \cdot X \tag{29}$$

La velocidad de utilización de sustrato es el producto de la máxima velocidad de crecimiento específico y la concentración de microorganismos cuando S es mucho mayor que K_M (Ecuación 30).

$$r_{su} = \frac{\mu_{\text{max}}}{Y} \cdot X_1 \tag{30}$$

En el balance de masa al sustrato la constante de hidrólisis k_H se define en la Ecuación 31, expresando S (Sustrato) en unidades de DQO y X (microorganismos) en unidades de concetración de sólidos en suspensión volátiles:

$$k_h = \frac{\mu_{\text{max}}}{Y} = \frac{r_{\text{su}} \cdot (K_M + DQO)}{DQO \cdot MLSSV}$$
(31)

k_h es el coeficiente de hidrólisis en días⁻¹.

Las expresiones que se usan de forma habitual para calcular el coeficiente de carga de la biomasa en el método respirométrico se puede usar para obtener las constantes cinéticas de nitrificación teniendo en cuenta el amonio consumido para el crecimiento en condiciones de estado estacionario (Metcalf and Eddy, 2000). Bajo este supuesto la constante de utilización de sustrato (k_H, constante de hidrólisis) y la constante de lisis (k_d, constante de muerte) pueden obtenerse mediante las siguientes ecuaciones (Ecuación 32 y 33):

$$r_{su} = k_H \frac{NH_4^+}{K_{M,NH_4^+} + NH_4^+} X \tag{32}$$

$$r_{g}' = \mu_{MAX,NH_{4}^{+}} \frac{NH_{4}^{+}}{K_{M,NH_{4}^{+}} + NH_{4}^{+}} X - k_{d} X$$
(33)

Donde X es la concentración de microorganismos y NH_4^+ la concentración de amonio. r_{su} es la velocidad de consumo de sustrato y r_g ' es la velocidad de crecimiento microbiana. K_{NH4}^+ es la constante de semisaturación y μ_{MAXNH4}^+ la máxima velocidad de crecimiento que puede obtenerse mediante balance al sistema siguiendo el modelo de Monod (Baek *et al.*, 2009) (Ecuación 34):

$$\mu_{NH_4^+} = \mu_{\max NH_4^+} \cdot \frac{NH_4^+}{K_{NH_4^+} + NH_4^+}$$
(34)

Esta forma de obtener los parámetros cinéticos se puede usar en la producción de nitrato (Ecuación 35):

$$\mu_{NO_3^-} = \mu_{\max NO_3^-} \cdot \frac{NO_3^-}{K_{NO_3^-} + NO_3^-}$$
(35)

1.2. ESTUDIO ACTUAL DE LA UTILIZACIÓN DE BIORREACTORES DE MEMBRANA Y APLICACIÓN DE OXÍGENO PURO COMO VARIABLE DEL PROCESO

Como se comentó al principio de la introducción, en este segundo apartado se describirá la situación actual de las investigaciones entorno a los biorreactores de membrana, y se analizará detalladamente numerosas investigaciones llevadas a cabo en el campo de los BRM, tras lo cual quedarán en evidencia las lagunas existentes que todavía quedan por resolver, a algunas de las cuales se intentará dar respuesta en el presente trabajo de investigación.

En primer lugar, dentro de este estudio se hace una revisión de la aplicabilidad de oxígeno puro en el tratamiento de aguas residuales.

1.2.1. Usos industriales de los biorreactores de membrana.

Una de las aplicaciones es el tratamiento de agua residual procedente de la industria del vino. La producción de vino es estacional por lo que la DQO varía en gran medida durante los periodos de recogida y de la tecnología usada. Los BRM son una buena alternativa para este tipo de industria ya que ofrecen beneficios tales como un rápido inicio del proceso con variaciones puntuales, una buena calidad del efluente, bajos requerimientos de terrenos y ausencia de decantación secundaria (Artiga *et al.*, 2007).

En el tratamiento de aguas residuales procedentes de una industria textil se han realizado numeresos estudios, entre ellos se ha estudiado su eficiencia en términos de características del permeado y la variabilidad de parámetros operacionales. Se han encontrado buenos valores experimentales de la calidad del permeado de los BRM. (Lubello *et al.*, 2007).

Los sistemas de BRM son también altamente eficientes en la eliminación de materia orgánica, sólidos en suspensión, turbidez, color e indicadores

microbiológicos en las aguas residuales procedentes de la industria de la leche (Poyatos *et al.*, 2007).

Por último también se han realizado estudios en el tratamiento de aguas residuales procedentes de aguas residuales sanitarias. Se han hecho estudios en tratamiento de aguas residuales mediante membrana de fibra hueca en hospitales y se han obtenido rendimientos en la eliminación de *Escherichia coli* del 98%, DQO del 80%, nitrógeno amónico del 93% y turbidez del 83%. (Wen *et al.*, 2004).

1.2.2. Situación actual de las investigaciones y la aplicación de oxígeno puro en su funcionamiento

Uno de los aspectos fundamentales en el control y diseño de tratamiento biológico en aguas residuales es la aireación ya que representan uno de los mayores costes de energía (Germain *et al.*, 2005). La aireación en los sitemas de BRM se utiliza para suministrar oxígeno disuelto a la biomasa, para mantener a los sólidos en suspensión y para la limpieza física de las membranas (Germain *et al.*, 2007). El uso de oxígeno puro en vez de aire incrementa significativamente la fuerza impulsora de la transferencia de oxígeno en el sistema biológico. El objetivo de estos sistemas utilizando oxígeno puro es tener mayores concentraciones de oxígeno en la fase gas, permitiendo mayores caudales de tratamiento y menores tanques de aireación (Mueller *et al.*, 2002).

La concentración de partículas, el tamaño de partícula y la viscosidad son los principales parámetros que caracterizan a la biomasa y se sabe que tienen un efecto en la transferencia del oxígeno. Estos tres parámetros de la biomasa y aireación están interrelacionados con la aireación. La intensidad de aireación puede afectar al tamaño de partícula y a la viscosidad, mientras que la concentración de sólidos únicamente modifica la viscosidad. (Germain *et al.*, 2007).

La viscosidad está correlacionada exponencialmente con la concentración de partículas. Manteniendo baja la concentración de partículas se puede mantener también la viscosidad baja lo que conduce a una menor necesidad de oxígeno y a una

mejor transferencia de este (Germain *et al.*, 2007). Se ha demostrado que un incremento en la viscosidad tiene una influencia negativa en el coeficiente de transferencia del oxígeno (Koide *et al.*, 1992, García-Ochoa *et al.*, 2000, Badino *et al.*, 2001).

Se han encontrado que las correlaciones entre los coeficientes de transferencia de oxígeno y la concentración de sólidos en suspensión en el licor mezcla son las mejores (Cornel *et al.*, 2003). Indicar que los MLSS del fango activo se comporta como un fluido pseudoplástico no-Newtoniano ya que un aumento de fuerza de cizalla conduce a una menor viscosidad (Cornel *et al.*, 2003, Stephenson *et al.*, 2002).

El uso de oxígeno puro en vez de aire incrementa significativamente la fuerza impulsora de transferencia de masa del oxígeno para la aireación. El objetivo de los sistemas basados en oxígeno de alta pureza es suministrar concentraciones mayores de oxígeno en la fase gas dando como resultado una mayor velocidad del tratamiento con altos MLSS y tanques de aireación de menor tamaño. (Mueller *et al.*, 2002). Aparte de estas ventajas se encuentran las siguientes:

- Facilita la obtención del oxígeno por parte de la biomasa o crea una fuerza impulsora adicional desde el líquido hasta los flóculos de los fangos, lo cual mejora el metabolismo de los mismos. (Winkler, 1999).
- La concentración de saturación puede aumentar de 9,1 a 43,4 mg/L lo cual incrementa la eficacia global de la disolución de oxígeno. Se evita así la ruptura del flóculo de biomasa al disminuir la cantidad de burbujas en el medio. (Mueller *et al.*, 2005).
- Una alta concentración de oxígeno disuelto proporciona una reserva de oxígeno que junto con la posibilidad de mantener un alto nivel de biomasa en el reactor permite afrontar cargas contaminantes puntuales sin desestabilizar el proceso (Winkler, 1999).

- La utilización de oxígeno puro produce una reducción de la cantidad de biomasa producida por unidad de DBO₅ eliminada, lo cual da como resultado una menor producción de fangos y menor necesidad de nutrientes por el efecto oxidante del oxígeno (nitrógeno y fósforo) (Ramalho, 1991).

- Ya que se mejora la sedimentación del fango, debido a una mayor concentración de bacterias en el flóculo y mayor compactación, entonces se facilita la eliminación de agua del mismo mejorando la decantación secundaria en procesos convencionales de Fangos Activos (Winkler, 1999).
- La utilización de oxígeno líquido reduce drásticamente el efecto de stripping o desorción a la atmósfera (aumento de olores, emisión de compuestos orgánicos volátiles y formación de aerosoles que puedan contener gérmenes) (Cabezas *et al.*, 2005).
- La utilización de oxígeno puro disminuye la posibilidad de anaerobiosis en las balsas, decantadores y tuberías, con lo que disminuyen las molestias producidas por los olores (Winkler, 1999).
- Las reacciones biológicas con oxígeno líquido son exotérmicas y esto hace que durante el invierno suba la temperatura del agua mejorando el proceso biológico. Sin embargo durante el verano puede ser una contrariedad a tener en cuenta. Cuando la temperatura del agua es alta se puede obtener una mayor disolución del oxígeno líquido que el atmosférico ya que la concentración de saturación del oxígeno puro es mucho más elevada que la del aire a altas temperaturas en comparación una con la otra (Cabezas *et al.*, 2005).
- Es muy recomendable el uso de oxígeno puro en aquellos casos en los que se necesita una aportación muy elevada de oxígeno por alta concentración de cargas o de MLSS, y que el aire no es capaz de dotar al proceso del nivel de oxígeno necesario o bien cuando la energía que aportaría al reactor es tan elevada que podría romper el flóculo (Cabezas *et al.*, 2005).

- La variabilidad de las cargas en aguas industriales también hace muy conveniente el uso de oxígeno puro en el reactor biológico para satisfacer las elevadas tasas de consumo de oxígeno (Cabezas *et al.*, 2005).

1.2.3. Ensuciamiento y estrategias de control en membranas de Ultrafiltración y Microfiltración en BRM

En los BRM, al igual que en otros procesos de filtración por membrana, el control se lleva a cabo buscando el equilibrio entre flujo, protocolo de limpieza, y, cuando sea necesario, el control de la concentración de polarización (tendencia del soluto a acumularse en la membrana) mediante procesos de floculación-coagulación (Judd *et al.*, 2006).

La filtración se produce de acuerdo a un amplio número de mecanismos reconocidos de bloqueo:

- Bloqueo completo.
- Bloqueo estándar
- Bloqueo intermedio.
- Filtración de biopelícula.

Todos los modelos implican una dependencia de la caída del flujo a través de la membrana con el porcentaje del tamaño de partícula del diámetro de poro (Judd *et al.*, 2006).

El ensuciamiento de la membrana en los BRM se debe a la formación de biopelícula en la superficie, principalmente debido a los sólidos en suspensión y también por al adsorción de la superficie unida al bloqueo de poro atribuido a los componentes solubles del fango activo. Se ha identificado que la adsorción de bloqueo como la mayor causa del ensuciamiento de las membranas (Matosic *et al.*, 2008)

Se ha comprobado que las membranas con mayores tamaños de poro muestran una mayor tendencia al ensuciamiento irreversible. Esto se debe a que el mecanismo de ensuciamiento predominante es el de bloqueo (Bienati *et al.*, 2008). Se ha encontrado que el tiempo de succión de capilaridad (CST, medida de la filterabilidad por succión en filtro), DQO, sustancias poliméricas extracelulares (EPS) y los hidratos de carbono tienen una influencia significativa en el ensuciamiento de membrana (Wang *et al.*, 2006).

Por otro lado, la acumulación de BPC (agrupación de biopolímeros) son una forma especial de materia orgánica formada por afinidad de agrupación de las sustancias extracelulares libres poliméricas (EPS) y productos microbiológicos solubles (SMP) en la biopelícula formada en la superficie de la membrana. La acumulación de BPC dentro de los poros de la torta es la mayor responsable de la alta resistencia a la filtración en las operaciones de BRM (Wang *et al.*, 2006).

Hong et al, (2007) estudiaron los efectos de una variación secuencial en concentraciones de oxígeno disuelto en la permeabilidad de la membrana en un biorreactor de membrana sumergida. Se comprobó que la velocidad de ensuciamiento fue mayor en condiciones anóxicas que en condiciones aerobias. Sin embargo cuando el número de ciclos aumentó estas diferencias se vieron reducidas. Este hecho se atribuye al número de partículas coloidales y al cambio de las fuerzas de compresión en la biopelícula.

Es de gran importancia controlar el bloqueo de poro durante el inicio del proceso de filtración. En particular se da un ensuciamiento irreversible rápido que toma lugar al comienzo del proceso de filtración antes del mecanismo de deposición. Por lo tanto una baja concentración de sólidos en suspensión en la fase inicial causa un rápido ensuciamiento irreversible. Esta circunstancia crea la necesidad de una frecuente limpieza química después del inicio sin inoculación (Di Bella *et al.*, 2007).

El ensuciamiento de la membrana se puede disminuir manteniendo condiciones de turbulencia adecuadas, operando a flujo sub-crítico o con la elección de un material de membrana resistente al ensuciamiento. La configuración de

membrana fuera del reactor tiene más costes en términos de energía y limpieza. Se llega a la conclusión de que los BRM en la membrana sumergida son los procesos de tratamiento más efectivos para el tratamiento de aguas residuales en áreas que requieren alta calidad del efluente o especialización en la comunidad microbiana (Gander *et al.*, 2000).

Se emplean condiciones adecuadas de mezclado mecánico para mantener las fuerzas de cizalla necesarias para evitar el rápido ensuciamiento de la membrana, pero también se pueden modificar ciertas características del fango para mejorar la permeabilidad de la biopelícula. Se ha encontrado que los flóculos se rompen bajo altos esfuerzos de cizalla y que su actividad en términos de velocidad de absorción de oxígeno (OUR, oxygen uptake rate) disminuye. Para bajas OUR los microorganismos demuestran poca liberación de biopolímeros debido a la baja velocidad de muerte celular. Un mezclado optimizado conduce a una baja deposición de biopartículas y a una alta permeabilidad de la biopelícula debido a una baja concentración de biopolímeros en la biopelícula (Khan *et al.*, 2008).

A pesar de que la resistencia de la biopelícula se puede minimizar incrementando las fuerzas de cizallas en la capa límite de la membrana, la resistencia debida a los coloides y a los solutos no se ven afectadas aparentemente. Por lo tanto partículas menores como las macromoléculas (por ejemplo polisacáridos) pueden jugar un papel importante en el ensuciamiento de la membana (Su *et al.*, 2008). Se ha comprobado en laboratorio que el ensuciamiento se reduce manteniendo condiciones de turbulencia. (Arrojo *et al.*, 2005). Para disminuir el ensuciamiento existen diversas técnicas: bajo flujo de operación, alto flujo de aireación en reactores sumergidos o recirculación de permeado, operación de succión intermitente o adición de carbón activo. Esta última no se utiliza en instalaciones a escala real (Chang *et al.*, 2002)

1.2.4. Limpiezas químicas en membranas de BRM

Los BRM tienen muchas ventajas sobre los tratamientos convencionales. Sin embargo el ensuciamiento de las membranas limita su aplicación debido a que reduce su productividad e incrementa los costes de mantenimiento y operacionales. El

ensuciamiento de la membrana puede ser reversible (eliminable con lavado físico) o irreversible (solamente eliminable con limpieza química), y puede darse en la superficie de la membrana o en los poros. El ensuciamiento de la membrana se ve fuertemente influenciado por los siguientes tres factores: características de la

biomasa, condiciones de operación y características de la membrana (Chang et al.,

2002).

La limpieza química de la membrana puede llevarse a cabo mediante ácido en contracorriente, (Choo *et al.*, 2000). También existen otros métodos de limpieza mediante cáustica, hipoclorito y otros agentes quelantes (Kang *et al.*, 2006).

Ácidos fuertes y ácidos orgánicos complejos se usan para disolver óxidos metálicos, hidróxidos y carbonatos. El hidróxido sódico se usa para eliminar materia orgánica por un mecanismo de hidrólisis alcalina. Oxidantes, como el hipoclorito sódico o el peróxido de hidrógeno, se usan para oxidar macromoléculas orgánicas. Surfactantes y detergentes, generalmente combinados con quelantes (por ejemplo el EDTA) son usados para disminuir la tensión superficial y para formar complejos con metales y el calcio. Sulfito sódico, que se usa como agente preservativo bacteriostático para conservación de módulos, aunque también puede usarse por sus propiedades reductoras y ácidas para disolver óxidos metálicos (AWWARF, 2001).

La suciedad más perjudicial en membranas de microfiltración y de ultrafiltración es el bloqueo de poros inicial seguido de la formación de biopelícula. Una combinación de recirculación de agua limpia, sonicación y limpieza química con álcali y ácido se muestra como una buena técnica de recuperación de la membrana (Lim *et al.*, 2003).

Cabe resaltar que las limpiezas químicas son más agresivas que las físicas afectando significativamente el valor de flujo crítico. Esto se ha confirmado en experimentos de varios ciclos donde el flujo crítico aumenta exponencialmente con los lavados cíclicos (Guglielmi *et al.*, 2008).

1.2.5. Materiales de membrana usados en membranas para BRM

membranas de BRM.

En este subapartado se verán las características y materiales usados en

Las membranas hidrofóbicas presentan una mayor tendencia al ensuciamiento que las membranas hidrofílicas. Este fenómeno se debe a la interacción entre la superficie de la membrana y la superficie del flóculo del fango activo (Chang *et al.*, 1999).

No se han demostrado diferencias significativas en la permeabilidad en membranas de diferentes materiales como PCTE (policarbonato), PTFE (Politetrafluoroetileno) y PETE (Poliéster), aunque si es cierto que deben trabajar a la velocidad dada por el fabricante, una carga inicial superior a esta puede dar lugar a una mayor velocidad de ensuciamiento inicial y a la formación de una biopelícula más delgada (Choi *et al.*, 2007).

Otros materiales como el polipropileno hidrofóbico con fibra de vidrio muestran resistencia al flujo a través de la membrana. Las membranas de polisulfona (PS) también muestran cierta resistencia al flujo, se puede usar membranas de polipropileno (PP) (Gander *et al.*, 2000a).

Cabe destacar que en la producción de las membranas si se disminuye el tiempo de producción y la concentración de químicos se obtienen membranas más hidrofílicas que son las de mayor interés ya que favorecen el flujo a través de la membrana(Buetehorn *et al.*, 2008).

Hay que elegir con cuidado el material de la membrana ya que el coste de la membrana puede suponer el 50% del coste de proceso total de la planta. El PP (polipropileno) muestra ser más propenso al ensuciamiento al principio que otros como las de PS (Polisulfona) que presentan una mayor eficiencia a la hora de eliminar coliformes pero tienen un precio más elevado. En el punto aproximadamente medio de coste se encuentran las membranas de PVDF. La elección dependerá del uso final que se le pretenda dar al agua (Chang *et al.*, 2001). Para evitar un ensuciamiento

rápido de las membranas de PVDF y PP se le dan propiedades hidrofílicas mediante tratamiento químico de la membrana (Judd, 2006).

1.2.6. Influencia de los parámetros de operación en el funcionamiento de los BRM

1.2.6.1. Tiempo de retención del fango

El tiempo de retención celular (TRC) o edad del fango es un importante parámetro de caracterización del fango. Se define como el cociente entre la masa de microorganismos del reactor y el caudal de purga. Es decir, es el tiempo en el que, mediante la purga, se regenera hidráulicamente todo el volumen del reactor. Los valores típicos según distintas condiciones de operación se encuentran en la Tabla 3.

Tabla 3. Valores de TRC en sistemas de fangos activos según carga. (García, 2010)

Carra	MLSS, mg/L	TRH,	TRC,	Eliminación
Carga		h	días	DBO ₅ %
Baja carga	3.000-5.000	24-40	20-30	96
Media carga	1,500-2.500	6-9	5-15	85-96
Alta carga	2.000-2.500	0,6-1,2	1-2	≤70

Los microorganismos requieren una menor cantidad de energía en condiciones de altos tiempos de retención celular donde el mantenimiento del metabolismo juega un papel dominante, ya que durante la fase endógena, que se da a tiempos de retención celular mayores, la mayoría se destina al mantenimiento de la célula y no a la síntesis celular que tiene mayor gasto energético (Sun *et al.*, 2006).

Hay muchos parámetros que se encuentran relacionados con el tiempo de retención celular, por ejemplo, la concentración media de biomasa incrementa con el tiempo de retención celular al igual que su filtrabilidad debido a la interrelación entre los microorganismos. Por lo tanto no es así en el ensuciamiento de la membrana, que no se ve afectada significativamente por esta (Pollice *et al.*, 2008a).

Son convenientes altos tiempos de retención celular para obtener una alta capacidad de tratamiento. Las características físicas tales como la viscosidad y la filtrabilidad parecen afectarse negativamente con altos tiempos de retención celular debido a que aumentan, afectando a otros parámetros importantes del proceso. (Pollice *et al.*, 2008b). Además, como la concentración de coloides y polisacáridos solubles de la fase líquida se ha identificado como uno de los parámetros predominantes que causan el ensuciamiento de la membrana, el rendimiento de la membrana claramente muestra mejores resultados a altos tiempos desde este parámetro (Grelier *et al.*, 2006).

A altos tiempos se favorece el crecimiento de las bacterias, aumentando la presión transmembrana por aumento de la biopelícula. Las partículas coloidales contribuyen significativamente al ensuciamiento de la membrana. Las β-protobacterias son el mayor constituyente en la estructura en la comunidad microbiana. (Ahmed *et al.*, 2006). Las β-proteobacterias probablemente juegan un mayor papel en el desarrollo de biopelículas maduras lo cual conduce a un ensuciamiento irreversible severo de la membrana (Miura *et al.*, 2007)

Hay que tener en cuenta que altos tiempos de retención celular da como resultado un alto grado de degradación orgánica con baja eliminación de fangos en exceso. Se puede observar un incremento en la viscosidad del fango y de sólidos en suspensión totales debido a la menor purga del proceso. Puede asumirse que la filtración no es posible cuando los sólidos en suspensión totales y la viscosidad alcanzan valores "críticos" (Khongnakorn *et al.*, 2007).

1.2.6.2. Tiempo de retención hidráulica

El tiempo de retención hidráulica (TRH) conceptualmente es el tiempo que tarda en regenerarse hidráulicamente el volumen del reactor, es decir, el cociente de

la suma del volumen del reactor y decantador secundario entre el caudal de entrada (Metcalf and Eddy, 1995)

Cuando el tiempo de retención hidráulica decrece la eficiencia de eliminación de demanda química de oxígeno (DQO) aumenta, pero la actividad de la biomasa y la concentración de oxígeno disuelto (OD) en el fango decrecen. Además los sólidos en suspensión y la viscosidad del fango aumentan significativamente cuando el tiempo de retención hidráulica decrece a bajo porcentaje de carga orgánica (Meng *et al.*, 2007).

El tiempo de retención hidráulica necesario depende del uso que se le vaya a dar a esa agua. La DQO también depende de la concentración del influente y de la carga (MLSS) de fango para la eliminación de la DQO. Se puede alcanzar la mayor retirada de DQO ajustando estos tres parámetros. (Ren *et al.*, 2005).

1.2.6.3. Sólidos en suspensión en el licor de mezcla

El uso de la membrana asegura una calidad suficiente del efluente en términos de sólidos en suspensión y presencia de indicadores bacterianos, en particular coliformes fecales y *Escherichia coli*. Más del 95% de la materia orgánica, sólidos en suspensión y bacterias coliformes se retiran con un buen rendimiento. (Arrojo *et al.*, 2005).

Las principales características que contribuyen al ensuciamiento de la membrana son los sólidos en suspensión, coloides y moléculas disueltas. Se ha encontrado que el nivel de importancia son 65%, 30% y 5% respectivamente, se ha comprobado que sus efectos no son aditivos (Defrance *et al.*, 2000).

Las partículas más pequeñas en suspensión del fango tienen una tendencia mayor a depositarse en la superficie de la membrana. Durante la operación los elementos biopoliméricos e inorgánicos en el biorreactores deben controlarse para minimizar el ensuciamiento de la membrana (Meng *et al.*, 2007).

La distribución de tamaños de partícula se desplaza hacia partículas de menor tamaño cuando los MLSS aumentan lo cual quiere decir que el tamaño de partícula disminuye. El incremento de la concentración de MLSS desde 4.600 a 12.600 mg/L hace disminuir significativamente los valores de permeabilidad y aumentan la velocidad de ensuciamiento (Yigit *et al.*, 2008).

1.2.7. Flujo de membrana y presión transmembrana.

El flujo de membrana transversal que se crea por un potencial de presión se denomina "conversión" o "recuperado". La conversión se reduce si el permeado se usa para mantener el proceso, usualmente para la limpieza física de la membrana. La filtración siempre conduce a un incremento de la resistencia al flujo debido a los ensuciamientos de la membrana. En el caso de una filtración de "dead-end", la resistencia aumenta de acuerdo al espesor de la biopelícula formada en la membrana, la cual es directamente proporcional al volumen total de filtrado. La permeabilidad decae necesitándose limpiezas físicas y químicas periódicas. Para procesos de flujo transversal esta deposición continúa hasta que las fuerzas de cohesión que mantienen la biopelícula a la membrana son equilibradas por las fuerzas de limpiado del fluido (líquida o combinación de aire y líquido) a pasar por la membrana (Judd *et al.*, 2006)

Existen modelos matemáticos fiables para representar las resistencias a la filtración como la formación de biopelícula y ensuciamiento como el de Wintgens *et al.*, (2003), que integran el efecto de distintos parámetros en la permeabilidad. La filtración se lleva a cabo por debajo de un caudal determinado a presión o flujo constante, así se evita el sobre ensuciamiento de la membrana (Field *et al.*, 1995).

Se han llevado a cabo experimentos a fin de obtener el flujo crítico a presión transmembrana (TMP) fija y a flujo fijo. El TMP sube moderadamente en el caso de los tests a flujo constante hasta un valor crítico. Después de este valor crítico el TMP aumenta rápidamente y no se vuelve a estabilizar. Se puede conocer de este modo a que caudal máximo debe trabajar un biorreactor de membrana. La comparación de tests a presión constante y caudal constante bajo las mismas condiciones muestra que el caudal crítico o el caudal independiente de la presión obtenido a presión constante

son casi idénticos en el límite. De forma más general el proceso a caudal constante por debajo del flujo crítico evita un ensuciamiento excesivo de la membrana en la fase inicial y es más ventajoso para el funcionamiento del biorreactor de membrana (Defrance *et al.*, 1999).

Se ha estudiado el efecto de varios parámetros sobre el flujo crítico y se ha encontrado que disminuye con el incremento de la concentración del fango y que se puede mejorar aumentando la intensidad de aireación. El flujo crítico depende también del material de la membrana y disminuye conforme la edad y deterioro de la membrana (Wu *et al.*, 2008).

1.2.8. Producción de fangos

La producción de fangos en un sistema de tratamiento de fangos convencional depende en gran medida del tipo de reactor, del agua a tratar y de las condiciones ambientales locales. El conocimiento de la producción diaria de fango es importante puesto que afecta al diseño de las instalaciones de tratamiento y evacuación del fango en exceso (purga) con lo cual el TRC está directamente relacionado con la producción de fango. Para que un sistema biológico funcione correctamente es necesario que se hallen presentes cantidades adecuadas de nutrientes, sobre todo nitrógeno y fósforo. Es importante tener en cuenta que el crecimiento de organismos filamentosos es el problema de funcionamiento más frecuente en los procesos de fangos activos que conduce a la formación de un fango de pobres características de sedimentabilidad, como puede ser el "fango voluminoso" (Bulking), para evitar este problema hay que controlar el proceso, y, por lo tanto, el crecimiento equilibrado de bacterias filamentosas y formadoras de flóculos (Metcalf *et al.*, 1995).

En investigaciones con BRM se ha demostrado que la densidad de bacterias filamentosas no tiene un efecto significativo en las substancias polimérica extracelulares y productos solubles microbianos. Sin embargo tiene un impacto importante en el tamaño y estructura del flóculo formado en el biorreactor. Una alta densidad da lugar a flóculos más grandes con una estructura menos compacta y

viceversa. Aunque las bacterias filamentosas son capaces de cambiar la morfología del flóculo, el efecto sobre la velocidad de ensuciamiento de la membrana es insignificante (Li *et al.*, 2008).

El exceso de fango producido se ve afectado por la carga de fango y la concentración de oxígeno. La concentración de oxígeno en la fase líquida tiene un efecto significativo en la cantidad de fango en exceso producido (Abassi *et al.*, 1999).

Los sistemas BRM pueden presentar una producción de fangos del 20 al 30% menor que los sistemas de fangos activos convencional bajo las mismas condiciones de tiempo de retención celular (edad del fango) y porcentaje de carga orgánica. Esto se atribuye a la mayor cantidad de predadores que pueden aparecer en la segunda etapa de la configuración de los BRM debido a que se trabaja a TRC mayores por una mayor acumulación de MLSS en el reactor biológico. (Ghyoot *et al.*, 1999).

1.3. CONCLUSIONES DEL BARRIDO BIBLIOGRÁFICO

Una vez llevada a cabo la introducción y el barrido bibliográfico, y puesto en consideración las diferentes áreas de investigación más importantes en este campo, se toma la decisión de hacer un estudio más exhaustivo de la influencia del uso de oxígeno puro en las biorreactores de membrana, tanto en la eficiencia de depuración como en los distintos parámetros operacionales más relevantes (TRH, TRC, MLSS). Este estudio dio como resultado la necesidad de estudiar y, por tanto, investigar el comportamiento de los Biorreactores de Membrana aplicados al Tratamiento de Aguas Residuales en la utilización de Oxígeno Puro.



2. OBJETIVOS DE LA INVESTIGACIÓN

2.1. OBJETIVO PRINCIPAL

Tal y como se ha indicado en la memoria, se plantea en esta tesis el comportamiento del oxígeno en reactores biológicos con la aplicación de membranas con la finalidad de poder aumentar la carga de entrada y la digestión de los fangos. Por tanto y como se ve este objetivo principal es la esencia del título que se ha planteado en el problema. Una vez realizado un estudio del arte, y habiéndose hecho un extenso barrido se puede decir que en la línea de investigación planteada hay un campo no suficientemente estudiado y que, por tanto, da pie al título de esta tesis que es:

"Biorreactores de Membrana aplicados al Tratamiento de Aguas Residuales en la utilización de oxígeno puro."

2.2. OBJETIVOS SECUNDARIOS

Para alcanzar el objetivo planteado anteriormente, es imprescindible el alcanzar unos objetivos parciales que con su interrelación se llegue a conclusiones fundamentales para llevar a buen término el título de la tesis, estos objetivos secundarios son:

- Deducir los parámetros de diseño óptimos en el reactor de oxidación prolongada para una carga superior a los BRM con aire.
- Conocer el comportamiento de la digestión de los fangos con el oxígeno puro en función de la edad del fango (TRC) y tiempo de retención hidráulica (TRH).
- Estudiar la respuesta del comportamiento de las membranas por el uso del oxígeno puro.
- Establecer modelos matemáticos que reproduzcan con fiabilidad el proceso, en la eficacia global del proceso en la transferencia de oxígeno, así como para la depuración y comportamiento del Reactor.



3. METODOLOGÍA

3.1. Metodología de la investigación de choque

Esta primera parte de la investigación se ha realizado ya sobre la planta piloto objeto de la investigación en una depuradora de aguas residuales.

Con esta investigación de choque se pretendió poner en funcionamiento la planta y poner a punto los métodos analíticos para hacer el seguimiento de capacidad de eliminación de materia orgánica y la viabilidad técnica para el diseño del proceso para su posterior modificación de las condiciones de partida, para luego hacer un estudio más exhaustivo de cómo pueden influir las distintas variables o los parámetros de proceso.

La puesta en marcha duró seis meses comprendiendo a partes iguales tres meses de planificación y tres meses de construcción, y el ciclo de investigación y tratamiento de datos en dos años de los cuales seis meses pertenecieron a la investigación de choque.

3.1.1. Descripción de la planta piloto y parámetros operacionales en la Investigación de Choque.

Los principales elementos del sistema experimental fueron un biorreactor cilíndrico dónde se le aplicó oxígeno puro (358 L de volumen operativo) y otro biorreactor rectangular (89 L de volumen operativo) donde se instalaron los dos módulos de membrana de ultrafiltración con 1,86 m² de superficie de filtración y 0,04 µm de tamaño de poro (ZW-10, Zenon) (Figura 13). La extracción del agua efluente se llevó a cabo mediante succión mecánica. Las membranas estuvieron en aireación continua con un flujo de aire tangencial de 6,8 m³/h para evitar el ensuciamiento en la superficie en la medida de lo posible y mantener los sólidos en suspensión.



Figura 13. Módulo de membrana de ultrafiltración

Se puede ver la disposición esquematizada de la planta en la Figura 14. El tanque de membranas y el biorreactor están separados para evitar la interferencia entre el aire suministrado a las membranas y el oxígeno puro que se introduce en el biorreactor para suministrar las condiciones aerobias al sistema. También se usó un tabique deflector para asegurar la mayor transferencia de oxígeno asegurando el máximo recorrido posible del oxígeno. Tanto el tabique deflector como la disposición de las sondas se pueden apreciar en la Figura 15.

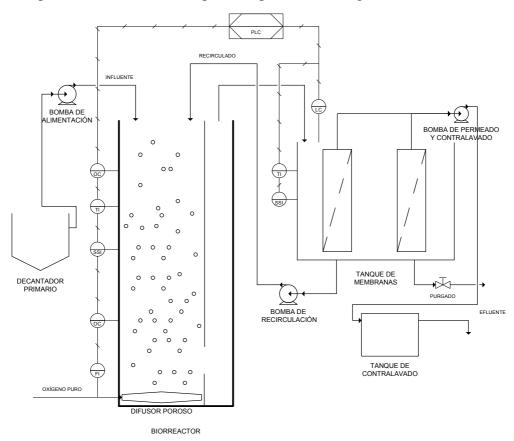


Figura 14. Diagrama de la planta piloto BRM utilizada en el presente estudio.

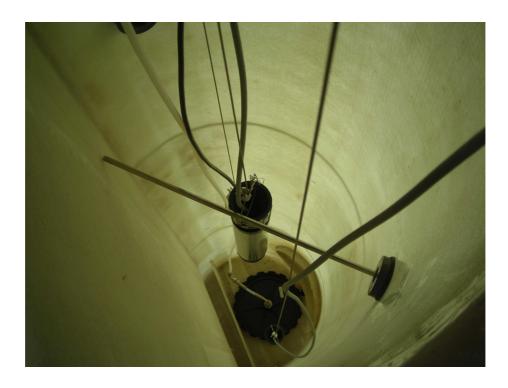


Figura 15. Interior del Biorreactor

Se estableció una recirculación de 141 L/h para mantener la concentración de sólidos en suspensión en el licor mezcla constante en ambos tanques. En la planta se usó un difusor poroso (Figura 16) ya que se provee de burbuja fina al proceso, lo que favorece la transferencia de oxígeno.



Figura 16. Difusor poroso de oxígeno

Se trabajó controlando el oxígeno disuelto (OD) en el reactor biológico y se estableció un caudal de 500 g/h de oxígeno puro en la etapa de suministro de oxígeno cuando se bajaba del set point de concentración de oxígeno en el reactor, ya que se comprobó que era el mejor caudal para evitar el burbujeo en la superficie, lo que facilita la pérdida de biomasa. Cuando se alcanzaba una concentración de OD de 2,8 mg/L se detiene este suministro de oxígeno puro. El consumo promedio fue de 8816 g/día de oxígeno puro, durante esta fase de la Investigación de choque.

Los experimentos se desarrollaron de acuerdo a trabajos previos realizados (Poyatos *et al.*, 2007), el influente en el biorreactor procedente de la decantación primaria se controló mediante un indicador de nivel conectado a la bomba de alimentación. Este sistema se realiza con la finalidad de que las membranas estén siempre cubiertas por el licor mezcla.

Una vez que las membranas, que son de ultrafiltración, están sumergidas la aspiración de la bomba forzará al líquido en el biorreactor a pasar a través de estas dejando los sólidos retenidos en el reactor biológico, por lo que aumenta la concentración de sólidos en suspensión en el licor mezcla (MLSS), de forma gradual. Cuando se alcanza la concentración deseada se aplica un caudal de purga o salida para mantener las condiciones deseadas en el reactor, esta purga se realiza de forma continua en el tiempo para mantener un TRC continuo.

La bomba de filtrado invierte el flujo regularmente y manda el agua tratada dentro del tanque, para usarla como contralavado a través de la membrana. De esta forma se retiran los agregados y partículas de la superficie de la membrana. La disposición real de la planta experimental se puede ver en la Figura 17.

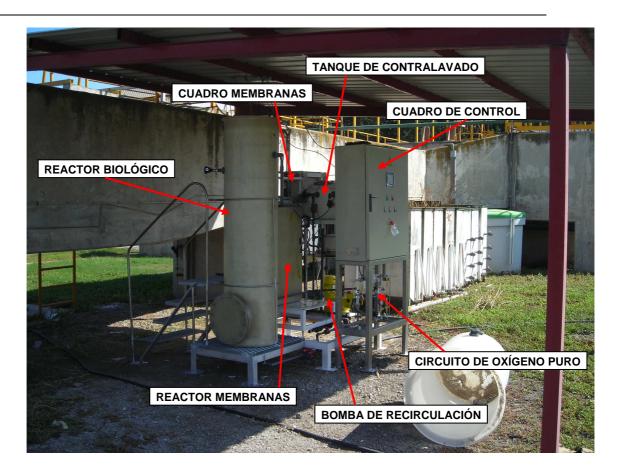


Figura 17. Planta experimental

La concentración de oxígeno disuelto (OD) se controló y monitorizó usando dos sensores de oxígeno disuelto (LANGE LDOTM / sc100 de la casa LANGE), estos electrodos se dispusieron a diferentes niveles para asegurar el mejor control posible y un set point (punto de consigna) de 2,8 mgO₂/L, como ya se ha comentado, que da la oxigenación necesaria al medio para asegurar las condiciones aeróbicas necesarias en el proceso biológico. Se dispuso de los dispositivos de control necesarios para monitorizar la presión transmembrana, temperatura, pH y concentración del oxígeno disuelto en el fango activo, todo centralizado en un controlador que disponía la planta.

Definiendo el tiempo de retención hidráulico como el volumen del reactor dividido por el caudal de entrada de agua residual, se obtiene una variable que nos da el tiempo medio que está el agua residual en el interior del reactor biológico. Por otro lado se define como el tiempo de retención celular o edad del fango, como el tiempo medio que permanece el fango en el interior del reactor biológico

pudiéndose calcular como la relación entre el volumen del reactor y el caudal de purga de fango, en el estado estacionario de operación.

Los parámetros de operación fueron: caudal de operación de 24,8 L/h que con el volumen total del biorreactor de 447 L resulta un tiempo de retención hidráulico de 18 h y una purga de licor mezcla de 1 L/h para mantener constante la concentración de MLSS en 4.300 mg/L en el estado estacionario, resultando un tiempo de retención celular de 19 días.

Cuando la presión transmembrana, que es la diferencia de presión que hay entre ambas caras de la membrana, se incrementa debido a las incrustaciones y ensuciamiento que van sufriendo los poros de la membrana con el tiempo y se acerca a los límites de operación que es de 50 kpa, se tiene que proceder a una limpieza química para recuperar las membranas, eliminando estas incrustaciones que pueden ser tanto de naturaleza orgánica como de naturaleza inorgánica, estas limpiezas químicas se realizan sumergiendo las membranas en hipoclorito sódico a una concentración de 1.000 p.p.m. durante 5 horas.

3.1.2. Descripción de la ubicación

La E.D.A.R. Oeste de granada (Puente de los Vados) se inauguró en 1992, y su diseño y proyecto fue anterior a las exigencias de salida actuales, y fueron de 22.400 m³/d, con una concentración de 300 mg/L de DBO₅. Actualmente aunque el caudal es menor, la concentración de DBO₅ supera los 700 mg/L, de ahí que se haya realizado una rehabilitación. En la Figura 18 se aprecia una vista aérea de la EDAR.



Figura 18. Vista aérea de la estación depuradora Oeste de Granada

Para la alimentación de la planta piloto, que se describe seguidamente, se utilizó agua procedente del decantador primario de la estación depuradora (Figura 19); esta alimentación de la instalación piloto se realiza mediante una bomba de impulso por membrana, colocada en el agua de salida del decantador (Figura 20).

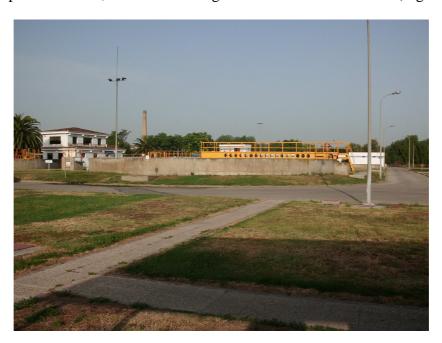


Figura 19. Esquema de la planta de tratamientos de aguas residuales donde se aprecia la conexión de la planta piloto de biorreactores de membrana a decantador primario.

Para la conexión entre la planta piloto y el decantador primario de la EDAR se necesitó la apertura de una zanja en la depuradora desde el decantador primario

hasta donde se sitúa la planta piloto; en dicha zanja se metieron las conducciones de agua residual y las eléctricas, tanto la de alimentación de la planta bomba como la de control.



Figura 20. Bomba de alimentación planta piloto

3.2. VARIABLES PREVIAS

Se entiende como variable aquella magnitud, por tanto cuantificable, de influencia directa en el proceso estudiado y cuya causa de variación cuantitativa es ajena al sistema y sólo depende de hechos externos y sin influirse por el propio encadenamiento del sistema físico posterior.

La existencia de una alta concentración de sólidos en suspensión en el licor mezcla, al menos con aireación, no lleva asociada una mayor cantidad de microorganismos que elimine más materia orgánica; si no que la microbiota es distinta produciendo la misma degradación de la DBO₅ pero necesitándose mayor cantidad de aire. Esto fue estudiado y comprobado en la investigación anterior que desarrolló el grupo con aireación.

Ahora bien, la aportación de oxígeno puro puede producir un efecto en los microorganismos y en la degradación de la materia orgánica diferente según los sólidos en suspensión que existan en el reactor biológico, y esta es la razón de comprobación del comportamiento de esta variable que como se ha indicado anteriormente va a ir variando en la puesta en marcha hasta alcanzar su estabilización.

3.2.1. TRH (Tiempo de Retención Hidráulica)

El tiempo de retención hidráulico se define como el volumen del reactor dividido por el caudal de entrada, se obtiene una variable que nos da el tiempo medio que está el agua residual en el interior del reactor biológico.

Se estudiará el comportamiento del sistema a distintos tiempos de retención hidráulica, parámetro directamente relacionado con el tiempo de contacto entre microorganismos y sustrato.

3.2.2. TRC (Tiempo de Retención Celular)

El tiempo medio que permanece el fango en el interior del reactor biológico pudiéndose calcular como volumen de reactor entre caudal de purga.

3.2.3. MLSS (Sólidos en Suspensión en el Licor Mezcla)

Sólidos en suspensión en el licor mezcla del reactor biológico, los incrementaremos o diminuiremos llegando al máximo aceptado por el fabricante de la membrana.

Se establecerán distintos MLSS para ver como se comporta la planta tanto técnica como biológicamente.

3.2.4. MLSSV (Sólidos en Suspensión Volátiles en el Licor Mezcla)

Cantidad de compuesto orgánico existente en las aguas residuales, determinante en el funcionamiento del reactor como digestor aeróbico.

3.2.5. Demanda Biológica de Oxígeno del influente

La demanda biológica de oxígeno es una estimación indirecta de la cantidad de materia orgánica presente en las muestras de aguas residuales. Se puede definir como la cantidad de oxígeno necesaria para oxidar por vía biológica los compuestos orgánicos biodegradables de una muestra de agua.

3.2.6. Demanda Química de Oxígeno del influente

La DQO se considera una forma de estimar la materia orgánica presente en una muestra de agua, a través de la determinación por vía química de la cantidad de oxígeno necesario para oxidarla.

3.2.7. Sólidos en Suspensión del influente

Los sólidos en suspensión son aquellas partículas presentes en el agua con un tamaño superior a $0,45~\mu m$. Su determinación se basa en un proceso de separación sólido-líquido mediante filtración.

3.2.8. Sólidos en Suspensión Volátiles del influente

Los sólidos volátiles son los sólidos de naturaleza orgánica y, por lo tanto, posiblemente degradables por acción biológica. Para obtenerlos se volatilizan los sólidos a 550°C, y se cuantifican restando los no volátiles que quedan.

3.2.9. pH del influente

Variable que da información de la acidez o basicidad del medio. El intervalo de concentración para la mayoría de las actividades biológicas es limitado, de ahí que haga falta tener controlado el pH para garantizar los procesos biológicos.

3.2.10. Conductividad del influente

La conductividad es una expresión numérica de la capacidad de una solución para conducir la corriente eléctrica, la cual depende de la concentración total de iones y de la naturaleza de éstos, movilidad, valencia y concentraciones relativas, así como de la temperatura de medición.

3.2.11. Análisis de tamaño y distribución de partículas del influente

El análisis de la distribución y tamaño de las partículas del influente indica la calidad del agua a tratar en cuanto a sólidos se refiere.

3.2.12. Nitrito, nitrato y amonio del influente

Concentración de nitrógeno en estado de oxidación de nitrito, nitrato y reducido en forma de amonio.

3.2.13. Nitrógeno total en el influente

Concentración de nitrógeno total en el agua residual a tratar global, es decir, en forma de nitrito, nitrato y amonio.

3.2.14. Coliformes totales, fecales y heterótrofos en el influente

Los coliformes totales, fecales y heterótrofos del influente son parámetros microbiológicos que dieron una idea de la calidad del agua a tratar

3.3. PARÁMETROS PREVIOS

Los parámetros son las medidas de comprobación analíticas o no del funcionamiento de la planta, siempre teniendo por norma el alcanzar los parámetros fijados a la normativa existente.

Como se ha indicado anteriormente, las variables se refieren a las características de entrada o influente mientras que los parámetros se fundamentan en la salida.

3.3.1. Demanda Biológica de Oxígeno del efluente

La demanda biológica de oxígeno es una estimación indirecta de la cantidad de materia orgánica presente en las muestras de aguas residuales. Se puede definir como la cantidad de oxígeno necesaria para oxidar por vía biológica los compuestos orgánicos biodegradables de una muestra de agua.

3.3.2. Demanda Química de Oxígeno del efluente

La DQO se considera una forma de estimar la materia orgánica presente en una muestra de agua, a través de la determinación por vía química de la cantidad de oxígeno necesario para oxidarla.

3.3.3. Sólidos en Suspensión del efluente

Los sólidos en suspensión son aquellas partículas presentes en el agua con un tamaño superior a 0,45 µm. Su determinación se basa en un proceso de separación sólido-líquido mediante filtración.

3.3.4. Sólidos en Suspensión Volátiles del efluente

Los sólidos volátiles son los sólidos de naturaleza orgánica y, por lo tanto, posiblemente degradables por acción biológica. Para obtenerlos se volatilizan los sólidos a 550°C, y se cuantifican restando los no volátiles que quedan.

3.3.5. pH del efluente y licor mezcla

Variable que da información de la acidez o basicidad del medio. El intervalo de concentración para la mayoría de las actividades biológicas es limitado, de ahí que haga falta tener controlado el pH para garantizar los procesos biológicos.

3.3.6. Conductividad del efluente y licor mezcla

La conductividad es una expresión numérica de la capacidad de una solución para conducir la corriente eléctrica, la cual depende de la concentración total de iones y de la naturaleza de éstos, movilidad, valencia y concentraciones relativas, así como de la temperatura de medición.

3.3.7. Análisis de tamaño y distribución de partículas del efluente

El análisis de la distribución y tamaño de las partículas del efluente indica la calidad del agua tratada en cuanto a sólidos se refiere, la existencia de ensuciamiento en la membrana y la existencia de fugas o roturas en las fibras de la membrana.

3.3.8. Nitrito, nitrato y amonio del efluente

Concentración de nitrógeno en estado de oxidación de nitrito, nitrato y reducido en forma de amonio.

3.3.9. Nitrógeno total en el efluente

Concentración de nitrógeno total en el agua residual a tratar global, es decir, en forma de nitrito, nitrato y amonio.

3.3.10. Oxígeno disuelto en el reactor biológico

Concentración de oxígeno disuelto necesario para aportar las condiciones óxicas al sistema.

3.3.11. Temperatura

Parámetro analizado en el reactor biológico cuya influencia en la capacidad de filtración y ensuciamiento de las membranas fue estudiado así como su influencia en el proceso biológico.

3.3.12. Presión Transmembrana

Es un parámetro que se tuvo en cuenta para realizar las limpiezas de las membranas así como estudiar el comportamiento del sistema de membranas ante variaciones de carga.

3.3.13. Viscosidad

Este parámetro de caracterización del licor mezcla se midió ya que se ha demostrado que tiene una alta influencia en la eficiencia de aireación del licor mezcla, así como en el ensuciamiento de las membranas.

3.3.14. Coliformes totales, fecales y heterótrofos en el efluente

Los coliformes totales, fecales y heterótrofos del efluente son parámetros microbiológicos que dieron una idea de la calidad del agua a tratada y de la capacidad de eliminación que tienen los biorreactores de membranas, por tanto cuantifican el comportamiento como desinfectante.

3.4. MATERIALES Y MÉTODOS ANALÍTICOS

3.4.1. Demanda Biológico de oxígeno

La demanda biológica de oxígeno es una estimación indirecta de la cantidad de materia orgánica presente en las muestras de aguas residuales. Se puede definir como la cantidad de oxígeno necesaria para oxidar por vía biológica los compuestos orgánicos biodegradables de una muestra de agua.

Se realizó esta medida mediante el método manométrico, que se basa en la medida de consumo de oxígeno en la degradación biológica de la materia biodegradable a 20° C, en oscuridad, durante un período de 5 días. En este método se realiza una medida indirecta del oxígeno consumido, basándose en la caída de presión por el consumo de éste en un frasco cerrado herméticamente. El oxígeno es proporcionado a la muestra a partir del aire. El equipo para la determinación de la marca Oxitop consta de un frasco de vidrio de color topacio para evitar la acción de la luz, en el cual se introduce un volumen concreto de la muestra de agua que determinar, junto con un imán para la correcta homogenización de la misma (Figura 21).



Figura 21. Frascos Oxitop y frigotermostato.

El CO₂ equilibrará la caída de presión en el interior de la botella debido al metabolismo de los microorganismos. Por esta razón se utilizará sosa para que se de la siguiente reacción y retirarlo del medio:

$$NaOH + CO_2 \leftrightarrow CO_3HNa$$

Material necesario

- Botella topacio para evitar el efecto perjudicial de la luz en los microorganismos.
- Cabeza tipo OXITOP que relacione la caída de presión con la cantidad de oxígeno consumido.
- Receptáculo de cuello para asegurar hermeticidad y contener la sosa.
- Imán.
- Sosa.
- Paleta.
- Matraces aforados al volumen a aplicar.
- Frasco lavador.
- Probeta graduada.
- Vaso de deshecho.
- Frigotermostato con agitador magnético.

Según la D.B.O.₅ estimada que se va a obtener se añade un volumen de muestra determinado. Se puede estimar inicialmente mediante el factor de biodegradabilidad (F_b) que se estima en 1,4 en aguas residuales urbanas. Con el valor de Demanda Química de Oxígeno (D.Q.O) y el factor de biodegradabilidad que se obtiene de la siguiente ecuación se obtendría la D.B.O.₅ estimada (Ecuación 36):

$$F_b = \frac{D.Q.O.}{D.B.O._5} \tag{36}$$

Según la D.B.O.₅ estimada se añadirá un volumen determinado según laTabla 4. El factor de corrección (F) que se detalla en la misma tabla es el valor por el que hay que multiplicar el valor obtenido en la cabeza OXITOP al final del experimento para obtener la D.B.O.₅ real.

Tabla 4. Volumen de muestra en función de la DBO₅ estimada para frascos de 1 litro.

D.B.O.5 estimada	Volumen (mL)	F
0-35	432	1
37-70	365	2
70-175	250	5
175-350	164	10
350-700	97	20
700-1.750	43,5	50
1.750-3.500	22,7	100

En la probeta graduada se añade el volumen de muestra aproximada para luego aplicarse en el matraz con facilidad. Luego se vuelca con cuidado, siempre la botella topacio y el matraz en contacto y encima del vaso de deshecho. Seguidamente se introduce el imán y se agita. Para terminar con la preparación de la muestra se deja agitando durante cinco minutos en el frigotermostato, que debe mantenerse durante todo el experimento a 20°C. La agitación se regulariza al poco tiempo de colocarlo en el agitador magnético.

Después de cinco minutos se saca la botella del frigotermostato y se coloca el receptáculo de cuello con sosa. Seguidamente se coloca la cabeza OXITOP y se reinicia. No es necesario apretar la cabeza en exceso. Por último se colocan las botellas en el frigotermostato a 20°C y durante cinco días.

La muestra se mantiene constantemente en agitación colocando la botella sobre un agitador magnético. Este movimiento facilita la transferencia de aire de la capa superior de la botella a la muestra. Debido a los procesos metabólicos desencadenados en la muestra de agua, la concentración de oxígeno en el aire desciende y con ello la presión interna de la botella, al estar cerrada herméticamente.

La caída de presión del interior de la botella se registra en un manómetro que da el valor directamente en mg O_2/L .

Al quinto día se toma el dato de D.B.O.₅. Este valor es el valor de D.B.O.₅ medida, que no real. Para obtener la real tendremos que multiplicar por el factor de corrección (F) según la Ecuación 37:

$$D.B.O._{5}(mgO_{2}/L) = D.B.O._{5}medida \times F$$
(37)

3.4.2. Demanda Química de Oxígeno

La Demanda Química de Oxígeno (D.Q.O.) es una forma de estimar la materia orgánica presente en una muestra de agua a través de la determinación por vía química de la cantidad de oxígeno necesario para oxidarla. Se oxida tanto la materia orgánica biodegradable como la que no lo es, por lo tanto será mayor que la D.B.O.5.

Después de obtener la D.Q.O. se puede obtener la D.B.O.₅ estimada para anadir el volumen necesario para la obtención de la D.B.O.₅.

La obtención de la D.Q.O. se basa en una oxidación fuerte de la materia orgánica empleando un oxidante fuerte (dicromato potásico) en medio ácido fuerte (ácido sulfúrico). El método analítico utilizado se corresponde con el de oxidación a reflujo cerrado colorimétrico (APHA, 1992). La siguiente reacción es un ejemplo de oxidación de la glucosa en presencia de estos reactivos:

$$C_6H_{12}O_6 + 4Cr_2O_7K_2 + 16H_2SO_4 \leftrightarrow 6CO_2 + 4Cr_2(SO_4)_3 + 4K_2SO_4 + 22H_2O_4$$

Esta oxidación se realiza en caliente durante 2 horas. Se ayudará la reacción con plata (Ag⁺) como catalizador.

El uso de catalizador puede encontrar interferencia al aparecer en la muestra haluros (Cl⁻, l⁻, Br⁻) que precipitarán con el catión de plata. Para evitarlo se emplea sulfato de mercurio (HgSO₄) que forma complejos con los aniones.

Material necesario para la preparación de los reactivos oxidante y ácido

- Frasco lavador.
- Papel aluminio.
- Desecador con sílica gel.
- Botella topacio para evitar la acción perjudicial de la luz en los reactivos.
- Probeta de plástico de 250 mL.
- Un matraz de 1 litro por reactivo.
- Embudos.
- Paleta
- Imanes y varillas magnéticas.
- Sulfato de mercurio.
- Sulfato de plata.
- Botes topacio pequeños.
- Dicromato potásico.
- Ácido sulfúrico al 98%.
- Agitador magnético.

Antes de la preparación de los reactivos todo el material ha de introducirse durante 24 horas en agua destilada con unas gotas de ácido sulfúrico para eliminar impurezas.

Reactivo oxidante de Dicromato Potásico 0,25N

Primero se pesan 12,15 gramos de dicromato potásico en una balanza de precisión. Este dicromato potásico se seca en estufa de desecación a 105°C durante 2 horas. Seguidamente se añade sobre 500 mL de agua destilada y se somete a agitación en el agitador magnético. Luego se añaden 40 gramos de sulfato de mercurio. Lentamente, dejando escurrir por la pared del matraz aforado se añaden 167 mL de ácido sulfúrico al 98%. Por último se enrasa hasta 1000 mL con agua destilada.

Después de disolución total se extrae el imán con la varilla magnética. Para la conservación del reactivo se introduce en una botella topacio con la ayuda de un embudo.

Reactivo Ácido

Sobre 500 mL de ácido sulfúrico al 98% se añaden 6,6 gramos de sulfato de plata hasta disolución en matraz de 1.000 mL. Después de disolución completa se enrasa con el ácido sulfúrico al 98%. Este reactivo también se guarda en botella topacio para su conservación.

Ambos reactivos hay que dejarlos reposar al menos durante 24 horas. Hay que tener la precaución de rotular los botes topacio adecuadamente. Parte de estos reactivos se pasan a los botes topacio pequeños para facilitar su posterior manipulación. Finalmente se limpia todo el material utilizado con abundante agua.

Después de preparar los reactivos se obtendrá la Recta de Calibración perteneciente a ellos. Para ello se preparará una solución madre de D.Q.O. conocida. Esta solución madre será de Ftalato de ácido de potasio

(HOOCC₆H₄COOK) de 1 mg/L de concentración. Seguidamente se creará la Recta de Calibración que relacione los valores de absorbancia obtenidos a partir del cromo formado con los valores de D.Q.O. de diluciones de la solución madre.

El valor de referencia de la solución madre es 1 mg de Ftalato de ácido potasio equivalente a 1,176 mgO₂/L de D.Q.O.

Material necesario para la preparación de solución madre y recta de calibración

- Ftalato de ácido potasio.
- Matraza de 1 litro.
- Frasco lavador con agua destilada.
- Vasos de precipitado, uno por cada dilución que se vaya a hacer de la solución madre.
- Matraces de 100 mL, uno por cada dilución que se vaya a hacer de la solución madre.
- Pipeta de precisión de 10 mL.
- Puntas de pipeta.
- Tubo de aproximadamente 10 mL con tapón que soporten altas temperaturas, uno por cada dilución que se vaya a hacer de la solución madre.
- Pipetas Paster para enrase.
- Paleta.
- Papel de aluminio.
- Bloque térmico.
- Espectrofotómetro.

Antes de la preparación de los reactivos todo el material ha de introducirse durante 24 horas en agua destilada con unas gotas de ácido sulfúrico para eliminar impurezas.

Preparación de Solución Madre de Ftalato de Ácido Potásico

Primero se pesan algo más de 850,34 mg de Ftalato de ácido potásico. Se pesa sobre bandeja de aluminio para facilitar su manipulación. Luego se seca durante 1 hora a 105°C y después se pesan justo los 850,34 mg. Se añade sobre 500 mL de agua destilada y se somete a agitación. Una vez disuelto por completo, se enrasa a 1.000 mL. La solución madre debe conservarse a 4°C.

Recta de Calibración

A partir de la solución madre de 1.000 mg/L de Ftalato de ácido potasio se preparan los diferentes patrones de la recta de calibración por dilución no consecutiva, es decir, a partir de la solución madre se toma el Ftalato de ácido potasio para cada dilución. Los distintos volúmenes a añadir tienen que calcularse en función de la concentración deseada. Seguidamente se procede a la medición de la absorbancia mediante el método de oxidación a reflujo total.

Método de oxidación a reflujo total

Una vez que tengamos las distintas diluciones se obtienen las absorbancias de cada una de ellas mediante el método de oxidación a reflujo total. Este método también sirve para obtener la absorbancia de una muestra, y luego, mediante la recta de calibración, obtendremos la D.Q.O. de la muestra.

Primero se añaden 3 mL de muestra homogeneizada en el tubo de unos 10 mL. Cada muestra debe manipularse con su propia punta de pipeta para evitar errores en la media. Después se añaden 2 mL de Reactivo Oxidante. Luego se añaden 4 mL de Solución Ácida. Por último se cierra el tubo y se agita invirtiendo el tubo. La mezcla del ácido con el medio acuoso dará lugar a una reacción exotérmica por lo que se calentará considerablemente. Después el tubo se mantiene durante 2 horas a 150°C en el bloque térmico.

Después de 2 horas se saca el tubo y se deja enfriar antes de la valoración.

Valoración Espectrofotométrica

Seguidamente mediremos la absorbancia a 600 nm en el espectrofotómetro. Se entiende por absorbancia la diferencia de intensidad lumínica a una determinada longitud de onda que pasa a través de una determinada muestra acuosa frente a un cero o muestra de referencia. Conviene encender el espectrofotómetro unos 20 minutos antes de realizar la medida. Para hacer el zero en el espectrofotómetro mediremos una muestra de agua destilada sometida a los mismos reactivos que las muestras a medir. Antes de la medida en el espectrofotómetro debemos asegurarnos de que los tubos estén limpios para evitar interferencias en la medida de la absorbancia. Una vez que obtengamos el valor de absorbancia los deshechos deben tirarse en recipientes de reactivos peligrosos. El espectrofotómetro usado fue el He λ ios γ spectrophotometer (ThermoSpectronic) (Figura 22).



Figura 22. Espectrofotómetro Heλios γ spectrophotometer.

Para la obtención de la recta de regresión se obtiene por regresión de la recta resultante de representar la absorbancia en el eje de ordenadas y la D.Q.O. conocida en el eje de abcisas. Esta recta de regresión debe tener un coeficiente de regresión mayor a 0,99 (R²>0,99). En la Figura 23 se expone un ejemplo de recta

de calibración con la ecuación de la recta y coeficiente de regresión en la misma gráfica.

RECTA CALIBRACIÓN D.Q.O.

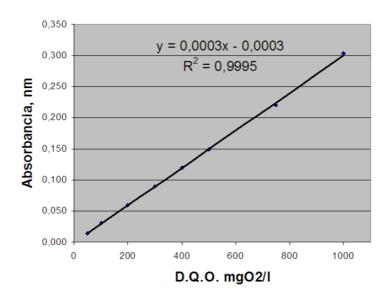


Figura 23. Recta patrón de la DQO utilizado en las determinaciones

El cálculo de D.Q.O. se hará mediante interpolación en la gráfica obtenida. Una vez que obtengamos la absorbancia, mediante interpolación en la gráfica obtenida de representar la recta de calibración obtendremos el valor de D.Q.O. de la muestra. Este cálculo puede hacerse tanto gráficamente como numéricamente mediante la ecuación de la recta de calibración, en la Figura 24 se puede ver un ejemplo de cálculo gráfico y ejemplo de recta de calibración.

RECTA CALIBRACIÓN D.Q.O.

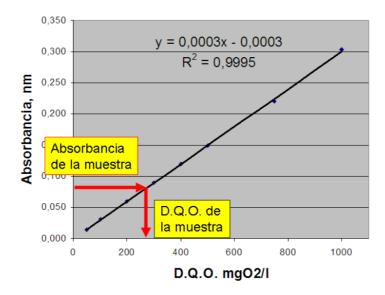


Figura 24. Ejemplo de cálculo gráfico en la recta patrón de la DQO utilizado en las determinaciones

3.4.3. Sólidos en Suspensión

Los sólidos en suspensión son aquellas partículas presentes en el agua con un tamaño superior a 0,45 μm. Su determinación se basa en un proceso de separación sólido-líquido mediante filtración. Se filtra una muestra bien mezclada por un filtro estándar de fibra de vidrio y el residuo retenido en el mismo se seca a un peso constante a 103-105° C. El aumento de peso del filtro representa los sólidos en suspensión (APHA, 1992).

Material necesario

- Estufa de desecación entre 103°C y 105°C.
- Balanza de precisión
- Campana de desecación de sílica gel
- Frasco lavador con agua destilada
- Pinzas
- Pinzas para horno
- Filtros de 0,45 micras
- Probeta de 100 mL

- Vaso de deshecho
- Vidrios de reloj
- Pipeta de precisión de 10 mL
- Puntas de pipeta
- Vaso de condensados
- Soporte con goma de ajuste
- Kitasato
- Bomba de Vacío

Procedimiento experimental

Preparación del filtro

La preparación del filtro es necesaria para evitar pérdidas en el peso de la tara del filtro empleado al arrastrarse las fibras de este en la fase de filtración. Primero se coloca el filtro en el soporte con la máxima apertura de poro hacia arriba y se humedece para fijarlo. Después se cierra el sistema con el vaso y se añaden 20 mL de agua destilada y se aplica vacío hasta succión total, este proceso se repite tres veces. Luego se coloca el filtro en el vidrio de reloj y se lleva a estufa a 103-105°C. Después de una hora se saca el filtro y se deja enfriar en el desecador.

Obtención de Sólidos en Suspensión

Inicialmente tiene que obtenerse el valor del peso inicial de filtro. Para ello se lleva el vidrio de reloj a la balanza de precisión y se tara para seguidamente posar el filtro limpio y anotar el valor de peso inicial de filtro. Después llevamos el filtro al soporte del kitasato y se fija en el soporte con algo de agua destilada con el poro hacia arriba como se hizo en la preparación del filtro. Después se añade un volumen adecuado de muestra para tener el menor error experimental sin que se obstruya el filtro, la Tabla 5 puede darnos una estimación del volumen a añadir:

Tabla 5. Estimación de volumen a añadir en la obtención de sólidos en suspensión.

A.R.U. no tratada	25-50 mL
A.R.U. decantada	50-100 mL
A.R.U. tratada	100-200 mL
Licor Mezcla	5-10 mL

La muestra tiene que estar lo más homogeneizada posible antes de ser adicionada. Una vez que se adiciona es conveniente enjuagar con agua destilada la probeta y verter el contenido en el vaso de condensados. Una vez que toda la muestra pase por el filtro después de aplicar vació con las pinzas y paciencia se introduce el filtro en el vidrio de reloj y se lleva a estufa de desecación a 103-105°C. Para muestras concentradas de 5-10 mL se usará la pipeta de precisión.

Después de una hora se seca de la estufa de desecación y se deja enfriar en la campana de desecación. Por último se pesa el filtro en la balanza de precisión previo tarado del vidrio de reloj. Este peso será el Peso después del filtrado, y, mediante la Ecuación 38 se obtienen los Sólidos en Suspensión (S.S.) en mg/L:

$$S.S.(mg/l) = \frac{P_f - P_i}{Vol}$$
(38)

Donde:

P_i: Peso inicial del filtro (mg).

P_f: Peso final de desecación (mg).

Vol: Volumen de muestra (litros).

3.4.4. Sólidos en Suspensión Volátiles

Los sólidos volátiles son los sólidos de naturaleza orgánica y, por lo tanto, posiblemente degradables por acción biológica. Para obtenerlos se volatilizan los sólidos a 550°C, y se cuantifican restando los no volátiles que quedan.

Para la obtención de los Sólidos en Suspensión Volátiles hay que partir del filtro ya filtrado de la muestra de la obtención de Sólidos en Suspensión. Dichos

filtros se someten a 550°C en un horno-mufla durante 20 minutos. Para introducirlos en el horno mufla prescindiremos de los vidrios de reloj y usaremos papel de aluminio como soporte.

Después de los 20 minutos se sacan los filtros con pinzas de horno y se dejan en el suelo durante un corto periodo de tiempo para que se disipe la mayoría del calor. Después se dejan enfriando en la campana de desecación. Finalmente se pesa el filtro sobre vidrio reloj previo tarado del mismo. El peso así obtenido será el Peso tras Incinerar. Los Sólidos en Suspensión Volátiles (S.S.V.) en mg/L se obtienen mediante la Ecuación 39.

$$S.S.V.(mg/l) = \frac{P_i - P_f}{Vol}$$
(39)

Donde:

P_i: Peso antes de incinerar (mg).

P_f: Peso tras incinerar (mg).

Vol: Volumen de muestra (litros).

3.4.5. pH

La determinación de este parámetro es importante para ver la calidad de las aguas residuales. El intervalo de concentración para la mayoría de las actividades biológicas es limitado, de ahí que se haga necesario tener controlado el pH para garantizar los procesos biológicos.

El principio básico de la determinación electrométrica del pH es la determinación de la actividad de los iones hidrógeno (H⁺) por medición potenciométrica utilizando un electrodo patrón de hidrógeno y otro de referencia. El pH de los sistemas acuosos se puede medir convenientemente con un medidor de pH. En concreto, se ha usado el de la casa comercial Crisol modelo GLP91 (Figura 25). El equipo se tiene que calibrar diariamente de acuerdo con las instrucciones del fabricante usando soluciones tampón de pH 4,0 y 7,0.

Para la medida del pH se introduce medidor en la muestra en agitación y se espera hasta que se estabilice la medida.



Figura 25. pHmetro (izquierda) y Conductivímetro (derecha) Crisol.

3.4.6. Conductividad

La conductividad es una expresión numérica de la capacidad de una solución para conducir la corriente eléctrica, la cual depende de la concentración total de iones y de la naturaleza de éstos, movilidad, valencia y concentraciones relativas, así como de la temperatura de medición. El método de medida se realiza mediante un proceso electrométrico, en el cual se determina la resistencia mediante una célula.

Para su determinación se utilizó un conductivímetro de la casa comercial Crisol (Figura 25) con compensador automático de temperatura incorporado cuya corrección arroja un valor de conductividad que tendría la disolución a una

temperatura de 25° C. Se calibra diariamente el equipo de acuerdo con las instrucciones del fabricante y una vez calibrado se introduce la muestra y se anota el resultado cuando la lectura sea estable.

3.4.7. Oxígeno disuelto

El oxígeno disuelto existente en el reactor biológico se ha medido empleando un sensor de oxígeno disuelto de la casa Lange. El modelo de las sondas es el LANGE LDOTM / sc100. El sistema LDO (Luminiscent Dissolved Oxygen) posibilita la determinación simple y precisa de la concentración de oxígeno disuelto en soluciones acuosas. Consiste en un sensor LDO para la medición directa en el medio y un controlador con pantalla integrada (modelo sc100). En la pantalla del controlador se indican la concentración actual de oxígeno disuelto y la temperatura.

El sensor está cubierto por un material luminiscente. Emitida por un LED, se topa una luz azul con las sustancias luminiscentes sobre la superficie del sensor. Estas sustancias se excitan instantáneamente y emiten una luz roja al pasar nuevamente al estado de reposo, la cual se registra por un fotodiodo. Además se mide el tiempo de traspaso hacia el estado de reposo. Mientras mayor resulta la concentración de oxígeno, menor será la luz roja emitida por el sensor.

Las dimensiones del sensor (D x L) es de 6 x 29 cm. El sensor LDO es de material resistente a la corrosión y sumergible con cable de 10 m. El rango de medición de concentración de oxígeno es de 0-20 mg/L con una precisión del ±0,2mg/L, el de temperatura 0-50° C con una precisión del ±0,2°C. Profundidad máxima de inmersión del 100 m. La masa del sensor es de 1,4 kg. La Interfaz del sensor tiene protocolo de comunicación modBUS RS485 y ModBUS RS 232. Tarjeta opcional de salida digital. La masa del controlador es de 1,6 kg.



Figura 26. Sonda de oxígeno disuelto el LANGE LDOTM / sc100

3.4.8. Análisis de tamaño y distribución de partículas

El análisis de la distribución y tamaño de las partículas que pasan a través de la membrana se ha realizado con un medidor LiQuilaz-E20 particle counter (Particle Measuring Systems) Figura 27.

El equipo consta de dos partes diferenciadas y unidas entre si; la primera parte es el dosificador que tiene una jeringa de $10\,$ mL, con la cual podremos dosificar la cantidad de muestra deseada siempre que no sobrepase su volumen, y la segunda es el sensor, a través del cual pasará la muestra y quedarán las partículas de la misma contabilizadas y clasificadas por tamaños; el rango de aplicación del sensor es de $0.2\,$ a $2\,$ μ m, con una resolución de $0.1\,$ μ m.



Figura 27. Medidor de partículas LiQuilaz-E20 particle counter

Se basa en un fenómeno óptico de extinción en el cual un rayo de luz láser se focaliza, usando unas lentes cilíndricas, en uno de los lados de la célula capilar, la partícula circula individualmente a velocidad conocida a través de la misma y al interponerse en el camino del rayo reduce momentáneamente la cantidad de luz que alcanza la célula fotovoltaica colocada al otro extremo (Figura 28).

El voltaje que proporciona el fotodiodo, al ser obturado el rayo láser por una partícula, es directamente proporcional al voltaje que genera en ausencia de partículas a la sección transversal de la partícula e inversamente proporcional a la sección transversal del sensor en la dirección del rayo incidente. La señal del fotodiodo se amplifica y convierte en una señal digital que a su vez se transforma en el tamaño de partícula mediante un microprocesador.

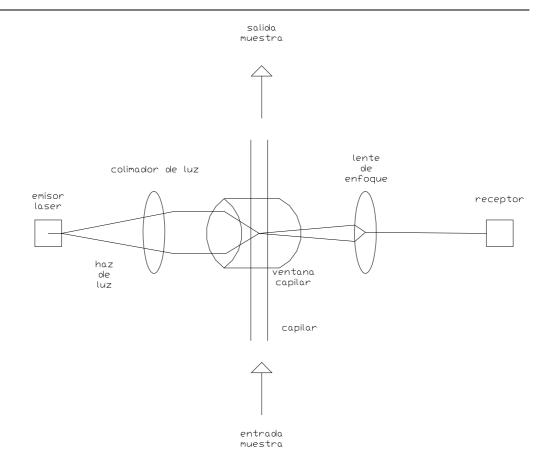


Figura 28. Esquema de medidor de partículas. (Poyatos, 2007)

3.4.9. Viscosidad

Se midió la viscosidad del fango activo a cuatro temperaturas diferentes: 10, 20, 30 y 40 °C aproximadamente. La medida se realizó con un viscosímetro tipo Brookfield, modelo LVT usando un spindle (péndulo) número 18 y un adaptador de muestras pequeñas (Figura 29), todas las medidas se realizaron a 60 rpm para asegurar una buena fiabilidad en la medida. La relación entre la temperatura y la viscosidad viene dada por la ecuación de Andrade (Ecuación 40):

$$\mu = A \cdot e^{-\frac{B}{T}} \tag{40}$$

Donde µ es la viscosidad dinámica, T es la temperatura y A, B son los coeficientes de la ecuación de Andrade. Cada día se ajusta la ecuación de Andrade pudiéndose obtener la viscosidad real de operación, teniendo en cuenta la temperatura real del proceso.



Figura 29. Viscosímetro Brookfield LVT.

3.4.10. Determinación de nitrito, nitrato y amonio

Los compuestos nitrogenados están muy presentes en las aguas residuales urbanas e intervienen en el tratamiento biológico que se puede realizar a esta agua.

El proceso de nitrificación consiste en los sucesivos pasos de oxidación del amonio que se convierte en nitrito y posteriormente en nitrato. Las bacterias que llevan a cabo esta reacción obtienen energía de sí misma. La nitrificación requiere la presencia de oxígeno; por consiguiente, puede suceder solamente en ambientes ricos de oxígeno, como las aguas que circulan o que fluyen.

No todos los fertilizantes de nitrógeno aplicados a la agricultura son aprovechados; algunos son arrastrados por las aguas tanto de lluvias como

subterráneas por lo que quedan zonas con altas concentraciones en compuestos nitrogenados.

Uno de los principales problemas del vertido de las aguas residuales al medio es la eutrofización, el enriquecimiento de una masa de agua por nutrientes puede provocar la eutrofización o un exceso de nutrientes, por lo que crecen en abundancia las plantas y otros organismos. Más tarde, cuando mueren, se pudren y llenan el agua de malos olores, disminuyendo drásticamente su calidad.

Se cuantificará la eficiencia en nitrificación en nuestro sistema mediante cromatografía iónica, usando un medidor de conductividad (Metrohm) (Figura 30). Se medirán la concentración en amonio, nitratos y nitritos y se determinará el nitrógeno total oxidando la muestra a nitrato mediante oxidante fuerte.

El término cromatografía se utiliza generalmente para una amplia gama de separaciones físico-químicas, donde los componentes de una muestra son separados mediante una fase móvil que pasa a través de una columna de separación; para la separación de iones se utiliza una fase móvil líquida que arrastra la muestra a una columna de intercambio iónico compuesta por una resina, donde los distintos iones saldrán de la columna a distintos tiempos de retención debido a la interacción existente entre las cargas de la resina y los iones presentes en las muestras. A la salida de la columna se mide la conductividad en continuo saliendo cada ión que se quiere determinar a un tiempo de residencia característico; además, se cuantifica la cantidad de ese ión mediante el área de conductividad que existe a la salida con respecto al eluyente.



Figura 30. Imagen de cromatógrafo iónico Metrohm®.

Para la separación de aniones se utilizó la Metrosep ASUPP5 (Figura 31) con carbonato/bicarbonato como eluyente y ácido sulfúrico como regenerante para el supresor químico y para la separación de cationes se utilizó la columna Metrosep CO2150 (Figura 32) con ácido tartárico/dipicolínico como eluyente. Las concentraciones de los dos eluyentes preparados se pueden ver en la 0.



Figura 31. Imagen de cromatógrafo iónico Metrohm® detalle columna ASUPP5.



Figura 32. Imagen de cromatógrafo iónico Metrohm® detalle columna CO2150.

Tabla 6. Concentración de reactivos necesarios en cromatografía.

Cationes	mM	Aniones	mM
Ac. Dipiconilico	4	Carbonato sodico	3,2
Ac. Tartarico	0,75	Bicarbonato sodico	1
		Supresor químico (Sulfúrico)	50

Las muestras, previa entrada a las columnas de cromatografía, fueron filtradas mediante una membrana de diálisis modelo "in line".

El equipo se calibró para la medición de los siguientes aniones: fluoruros, cloruros, nitritos, bromuros, nitratos, fosfatos, sulfatos; y para la determinación de los siguientes cationes: amonio, sodio, potasio, calcio, magnesio. Esta calibración se realiza introduciendo tres concentraciones conocidas de cada uno de los aniones y cationes; las concentraciones utilizadas son las que aparecen en la Tabla 7 y Tabla 8.

Tabla 7. Patrones de aniones utilizados.

Aniones	1, ppm	2, ppm	3, ppm
Fluoruros	10	1	0,1
Cloruros	100	10	1
Nitritos	10	1	0,1
Bromuros	10	1	0,1
Nitratos	200	20	2
Fosfatos	100	10	1
Sulfatos	100	10	1

Tabla 8. Patrones de cationes utilizados.

Cationes	1, ppm	2, ppm	3, ppm
Amonio	100	20	2
Sodio	50	10	1
Potasio	50	10	1
Calcio	50	10	1
Magnesio	50	10	1

Una vez preparadas las distintas disoluciones de las anteriores tablas, se realizaba una recta de calibrado con cada uno de los iones; esta recta queda memorizada en el software del cromatógrafo, y se puede ya comenzar el proceso de medición de muestras de aguas.

Una vez realizado todo lo anterior, el equipo está listo para la medición de las muestras; pero siempre hay que tener en cuenta que si la concentración de la muestra que se pretende medir es superior a la del calibrado descrito anteriormente se tendrá que hacer una dilución para introducir la concentración en el rango de medida programado.

3.4.11. Nitrógeno total

La determinación de nitrógeno total de las muestras se realizó oxidando el nitrógeno presente a nitrato, y posteriormente midiendo la concentración de nitrato por el método cromatográfico descrito anteriormente; este método de medición es una modificación del método de análisis de nitrógeno total por espectrofotometría (Gómez y Hontoria, 2003).

Para la oxidación de la muestra se preparó una disolución altamente oxidante, esta disolución estaba compuesta por:

- 14 g de hidróxido sódico (NaOH)
- 30 g de ácido bórico (H₃BO₃)
- 50 g de persulfato potásico (K₂S₂O₈)

Las anteriores cantidades se enrasan a un litro con agua destilada. Para la puesta en marcha del método, se tuvieron en cuenta tres variables: cantidad de mezcla oxidante que añadir en la muestra, tiempo de oxidación a una atmósfera y dilución de la muestra para que la concentración de nitratos quedara en el rango de medida del cromatógrafo iónico. Tras diversas pruebas experimentales, las condiciones óptimas de análisis para las muestras analizadas en el presente trabajo de investigación fueron:

- Dilución de 5/50 (5 mL de muestra enrasados a 50 mL con agua destilada).
- Volumen de mezcla oxidante de 7 mL en 50 mL de la dilución anterior.
- Tiempo de oxidación en el autoclave de 45 minutos a una atmósfera de presión.

Por lo tanto, la medición que dará el cromatógrafo iónico es la de una disolución diluida 5/57 (5 mL de muestra en 57 mL de disolución).

3.4.12. Determinación de coliformes totales, coliformes fecales y heterótrofos.

La detección y recuento de *Escherichia coli* se basa en que las bacterias coliformes son bacterias Gram negativas, no formadoras de esporas, oxidasa negativas y con forma de bastoncillo, que puede crecer en medio aerobio y anaerobio facultativo en presencia de sales biliares. *Escherichia coli (E.coli)* es un microorganismo que pertenece al grupo de los coliformes fecales que se caracterizan por su capacidad de crecer a 44,5° C. Este microorganismo es exclusivo del intestino de los mamíferos, que por su fácil y barata determinación se ha convertido en el microorganismo indicador por excelencia, tanto en aguas residuales como para aguas limpias (Gómez y Hontoria, 2003).

Las bacterias coliformes son bacterias Gram negativo, no formadoras de esporas, oxidasa negativa, de morfología bacilar, aerobias o anaerobias facultativas y fermentadoras de lactosa con producción de ácido a 37° C en 24-48 horas.

Las bacterias coliformes de origen fecal, son aquellas comprendidas en el grupo anterior (coliformes totales), que además son capaces de fermentar la lactosa, con producción de ácido y de gas a 44° C en 24 horas.

Escherichia coli es un microorganismo que pertenece al grupo de los coliformes fecales o termotolerantes. Si el agua cumple con la normativa en términos de coliformes fecales y totales cumplirá entonces con la normativa referente a E. Coli al ser esta más restrictiva.

El método de filtración por membrana se basa en la filtración de una determinada cantidad de agua a través de membranas de filtración con tamaño de poro de 0,45 µm y posterior incubación de las mismas en placas con medios de cultivo selectivos diferenciales. Este análisis está determinado en la Norma Española UNE-EN ISO 9308- 1, elaborada por el comité técnico AEN/CTN 77 de medio ambiente cuya secretaría desempeña AENOR.

En cuanto a los medios de cultivo y los reactivos, se utilizaron constituyentes de calidad uniforme y productos químicos de calidad analítica reconocida. Como diluyente se utilizó una solución salina con una concentración de 0,9% en cloruro sódico. Se esterilizó en un autoclave a 112° C, a media atmósfera de presión durante 30 minutos.

Para realizar este método, se prepararon diferentes diluciones seriadas de la muestra (1/10) las cuales fueron llevadas a un volumen final de 100 mL para su posterior filtración, al objeto de obtener resultados apreciables en las placas de cultivo. Las membranas se colocaron en placas Petri que contenían Endo Agar (Manual DifcoTM) a pH 7,5 \pm 0,2. Las muestras se incubaron a 37 y 44° C para estimar los coliformes totales y fecales respectivamente, durante 24 horas. La composición del medio de cultivo Endo Agar, se muestra en la Tabla 9.

Tabla 9. Composición del medio de cultivo Endo Agar.

Componente	Cantidad (g/L)
Fosfato dipotásico	3,5
Digerido peptídico de tejido animal	10
Agar	15
Lactosa	10
Sulfito de sodio	2,5
Fucsina básica	0,5

Para preparar el medio se disolvieron 41,5 g del polvo deshidratado Endo Agar en 1000 mL de agua destilada, se calentó agitando frecuentemente y se dejó hervir durante un minuto para disolver completamente los ingredientes. Se reparte el medio en los matraces o los tubos, en volúmenes que no excedan los 250 mL, y se esteriliza en autoclave a $(121 \pm 3)^{\circ}$ C durante 15 minutos. Se deja enfriar el medio hasta $(50 \pm 5)^{\circ}$ C y se reparte en placas de doble capa, formando una capa de espesor no inferior a 5 mm.

Tras la incubación, se contaron las colonias formadas sobre la membrana y se obtuvo el resultado de Coliformes totales y fecales, el cual se expresó en unidades formadoras de colonias en cien mililitros UFC/100 mL. Luego se colocó la membrana en un disco de papel de filtro, saturado con reactivo de indol y se irradió con una lámpara ultravioleta, durante un tiempo de 10 min a 30 min, dependiendo del desarrollo del color.

También se contabilizaron los microorganismos heterótrofos cuya detección y recuento se basó en la filtración por membrana de un mL de muestra extraída de la salida del tanque de membranas y posterior siembra en placa del filtro. Este análisis se hizo ya que un aumento de microorganismos heterótrofos puede derivar en una depredación o intoxicación en la microbiota del sistema, siendo buen indicador del comportamiento del medio, aunque hay que tener en cuenta que siempre será mayor que el recuento de *E. Coli* en la misma muestra ya que se componen de bacterias del ambiente.

Para la determinación de heterótrofos se realizaron diluciones seriadas 1/10 en solución salina estéril. El medio de cultivo empleado para esta determinación fue Agar Tripticasa Soja (TSA, Oxoid[®]), a un pH 7,3±0,2. Para la preparación del medio TSA, se suspendieron 40 g del medio en 1 l de agua destilada, se agitó y se esterilizó a 112°C durante 30 minutos. Posteriormente se homogeneizó en placas Petri estériles. Después de la filtración de un mL de las diluciones, se procedió a la incubación de los filtros en TSA durante 24 h a 37° C, realizándose posteriormente el recuento de todas las colonias que habían crecido, expresándose los resultados en forma de unidades formadoras de colonias por mililitro (UFC/mL).

La composición del medio de cultivo TSA, se muestra en la Tabla 10.

Tabla 10. Composición del medio de cultivo TSA.

Componente	Cantidad (g/L)
Peptona de soja	5
Peptona de caseína	15
Cloruro de sodio	5
Agar	15



4. INVESTIGACIÓN DE CHOQUE

4.1. PLAN DE TRABAJO

Para la realización de la presente investigación de choque se hace necesario investigar la variación de los parámetros más importantes en el funcionamiento del sistema de biorreactores de membrana, entre ellos la variación de sólidos en suspensión en el licor mezcla (MLSS), viscosidad y temperatura.

Este experimento se llevó a cabo del 2/02/2009 al 30/04/2009 con aporte de oxígeno puro, siendo el total de 88 días.

	← INVESTIGACION DE CHOQUE						→					
	EXP 1 (MLSS 4.300 mg/L, TRH 18h)											
MES	FEB- MAR- 2009 2009			ABR- 2009			MAY- 2009					
K _L a												
Análisis físico-químico *												
Análisis microbiológico												
Control de calidad del efluente #												
Estudios biodiversidad												

Figura 33. Cronograma seguido en el experimento 1. *: Diarios: DQO, DBO5, MLSS, Turbidez, pH, T, Conductividad, PTM, OD, Nitrógeno. Semanales: Viscosidad. #: Control de coliformes totales, E. coli, colifagos, en el agua de salida.

Parámetros a medir en cada muestra

Concentración del oxígeno mediante oxímetro:
 Se mide todos los días mediante registro de datos.

- MLSS:

La medida se realizó todos los días, tanto en la zona de tanque de membranas como en el influente y efluente del biorreactor de membranas.

Viscosidad (el método dependerá del rango de concentración del fango)
 Todos los días en el biorreactor de membranas.

- Temperatura en la recogida de la muestra:

Todos los días mediante registro de sonda de temperatura en planta.

- Conductividad:

Todos los días, tanto en el biorreactor de membranas como en el influente y efluente.

- Análisis de partículas:

Semanalmente, tanto en el influente como en el efluente.

- DBO₅ y DQO:

Todos los días

Parámetros operacionales

- Presión transmembrana:

Todos los días, se hizo mediante registro de presión en planta.

- Flujo másico de oxígeno:

Todos los días, se hizo mediante registro de caudal en planta.

- pH (debe estar en el rango idóneo para mantener la actividad microbiana y la calidad de las aguas residuales)

4.1.1. Resultados de la investigación de choque, experimento 1º con superficie de la membrana de 1,86 m², tiempo de retención hidráulico de 18 horas y concentración en sólidos en suspensión en el licor mezcla de 4.300 mg/L.

En esta primera fase de la investigación de fondo se trabajó con dos módulos de membrana con un total de superficie de filtración de 1,86 m² y con un caudal de filtrado de 26,7 L/h, por lo tanto se trabajó con una carga hidráulica de 14,4 L/m²h. El caudal de contralavado fue 1,5 veces superior, esto es, de 40,1 L/h; por lo tanto la carga hidráulica de contralavado fue de 21,5 L/m²h.

El caudal de aire que es necesario aportar a la membrana con una superficie de 1,86 m² es de 6,8 m³/h, es decir 3,65 m³/m²h; este aire tiene la misión de evitar un rápido ensuciamiento de la membrana al circular tangencial a la misma; esta aireación se hace en un tanque independiente del reactor biológico donde se encuentra el difusor de oxígeno puro. Siempre se mantuvo en ambos tanques la concentración de oxígeno disuelto entre 1,5 y 2,5 mg/L.

Los ciclos de filtrado y de contralavado son de 10 minutos, de los que 9 minutos 45 segundos son de filtrado y 15 segundos de contralavado con agua ya ultrafiltrada, lo que supone introducir 10 L de agua limpia en el reactor, que es menos de un 3% del volumen del reactor.

Como se describe en la introducción del presente documento se puede calcular la carga hidráulica con la Ecuación 5.

Siendo la carga hidráulica neta aplicada en esta fase de operación de 13,35 L/m²h. Por lo tanto, el caudal neto considerando los ciclos de filtrado y de contralavado es de 24,83 L/h; teniendo en cuenta que el volumen de reactor biológico es de 447 L, nos queda un tiempo de retención hidráulico de 18 h.

4.1.1.1. Calibrado de caudales de las membranas biológico en el Experimento 1 (TRH 18h, MLSS 4.300 mg/L)

El control de la bomba de presión de filtrado y de contralavado se realizó con unos potenciómetros que se encuentran en el panel de control. El valor que se les da a estos es directamente proporcional al caudal, por lo que el primer paso es calibrar los potenciómetros para ver qué caudal corresponde a cada valor de potencia expresado en tanto por cien en el potenciómetro.

Como se comentó anteriormente, los caudales que puede tratar la planta dependen de la superficie de las membranas, en modo de filtración y con un sólo módulo (superficie 1,86 m²) y "dependiendo siempre de la calidad de agua de entrada"; los valores típicos para la ZW-10 deben variar entre 0,20 L/min (aprox. 13 L/(m²h)) y 0,5 L/min (aprox. 32,2 L/(m²h)) para evitar trabajar en carga hidráulica crítica donde las membranas sufrirían un ensuciamiento mucho más rápido, llegando incluso a ser irreversible o hasta la rotura de las fibras de las membranas, en trabajos previos se demostró que la carga hidráulica crítica estaba por debajo de 20 L/m²h (Poyatos *et al.*, 2007).

La calibración de los caudales en función de la potencia de los potenciómetros se realizó con agua potable, midiendo el volumen de filtrado por unidad de tiempo y la presión transmembrana; se obtuvieron los resultados que muestra la Tabla 11.

Tabla 11. Resultados del caudal frente a valores del potenciómetro en planta piloto de biorreactores de membrana con dos módulos de superficie total de filtración de 1,86 m² en el experimento 1.

Potencia, %	Q, L/h	P, Kpa	$J, L/(m^2 h)$
10,0	7,12	6,77	3,83
12,5	14,40	7,78	7,74
15	18,94	10,15	10,18
17,5	24,65	12,19	13,25
20,0	30,50	13,54	16,40
22,5	36,00	15,23	19,35
25,0	41,37	15,91	22,24
27,5	46,15	16,93	24,81

Se observa que la relación existente entre potencia y caudal es lineal, cuya ecuación es Y= 2,2147x - 14,128 como se observa en de la Figura 34.

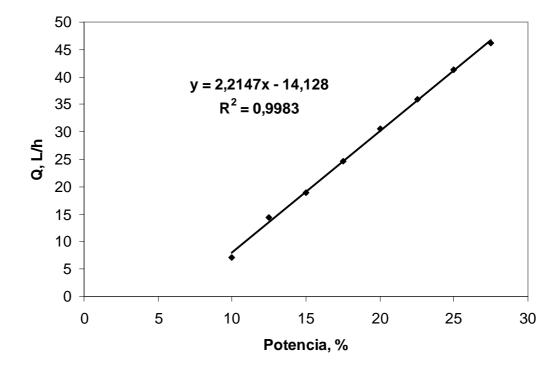


Figura 34. Caudal en L/h frente al valor del potenciómetro en % en la planta piloto de biorreactores de membrana con módulo de 1,86 m^2 en el experimento 1.

En la Figura 35 se aprecia la evolución de la presión transmembrana medida en función de la potencia marcada en la bomba y se puede observar como a mayor potencia existe una mayor presión transmembrana.

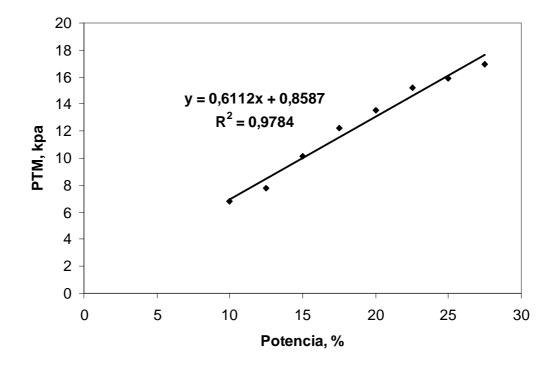


Figura 35. Presión transmembrana frente a variaciones de potencia en la planta piloto de biorreactores de membrana con módulo de 1,86 m² en el experimento 1.

En la Figura 36, se observa también cómo aumenta la presión transmembrana al incrementarse el caudal, por lo tanto existe una relación entre potencia, caudal y presión transmembrana; al aumentar la potencia de la bomba se incrementa el caudal a tratar de forma lineal y a su vez la presión transmembrana.

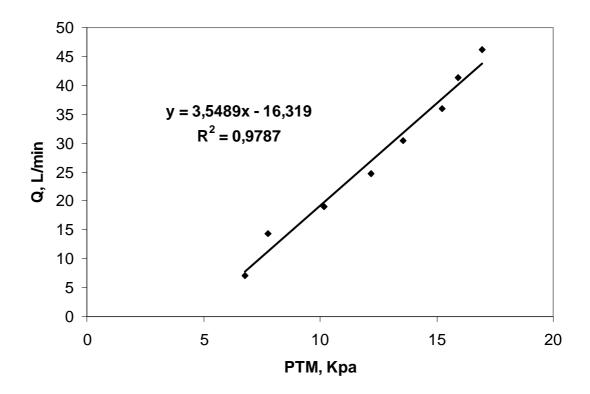


Figura 36. Presión transmembrana frente al caudal en la planta piloto de biorreactores de membrana con módulo de 1,86 m² en el experimento 1.

Siempre hay que trabajar a caudales por debajo de la presión máxima admisible indicada por el fabricante, o presión de seguridad, que en el caso de las membranas utilizadas es de -50 Kpa, según marca el fabricante. Además, teniendo en cuenta que este ensayo se realizó con agua potable, estas condiciones son las más favorables, por lo que se tiene que trabajar con valores de potencia mucho menores para evitar un rápido ensuciamiento de la membrana o una rotura de la misma. Se realizó una comprobación semanal de la relación de caudal suministrado y potencia de la bomba para evitar oscilaciones en los caudales debido a la variabilidad que pudiera ocasionarse en los potenciómetros.

El caudal de filtrado marcado en esta fase de la investigación es de 26,7 L/h, por lo tanto la potencia que se le debe de aplicar a la bomba de filtrado es del 18,5 %, fijándose una potencia de 1,5 veces superior para el contralavado, ésta queda en el 27,8 %.

4.1.1.2. Evolución de MLSS y MLSSV en el reactor biológico en el Experimento 1 (TRH 18h, MLSS 4.300 mg/L)

En esta primera fase se pretende ver como influye la concentración de MLSS en el biorreactor de membrana como en los rendimientos de eliminación de materia orgánica y a las necesidades de aireación del sistema, queriéndose trabajar a concentraciones de MLSS en torno a 4.000 mg/L.

En la Figura 37 se aprecia la evolución de los sólidos en suspensión en el licor mezcla y los sólidos en suspensión volátiles del biorreactor en el primer experimento realizado. Se trabajó con acumulación de sólidos en suspensión y se realizaron purgas para conseguir estabilizar la planta en distintas concentraciones de MLSS y así analizar los distintos parámetros investigados.

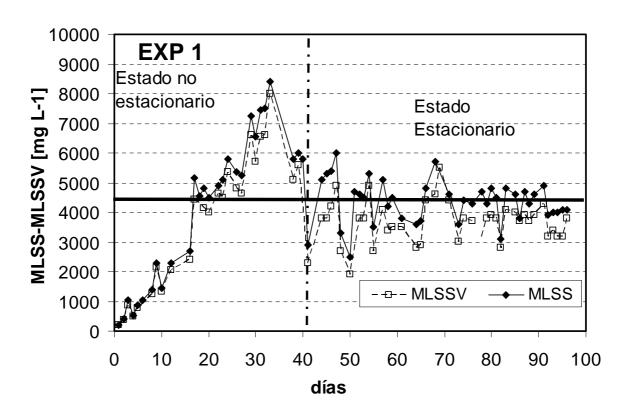


Figura 37. Evolución MLSS y MLSSV del experimento 1 en el BRM.

La concentración de MLSS y MLSSV en el sistema se ven incrementados desde el primer día, hasta una vez alcanzados los MLSS próximos a 4.000 mg/L,

entonces se aplica un balance de masas al sistema para obtener el caudal de purga necesario para mantener los MLSS constantes entorno a la concentración deseada, en este caso es de 23,78 L/día. Este caudal de purga se aplicó a partir del día 41 de experimentación. Se obtuvo una concentración de MLSS media en el sistema de 4.700 mg/L.

La separación antes de aplicarse la purga se le denomina estado no estacionario, después de aplicar la purga se alcanza el estado estacionario de operación entorno al día 35. Durante el estado estacionario los MLSSV fueron el 82,9% de los totales.

4.1.1.3. Evolución de las temperaturas en el Experimento 1 (TRH 18h, MLSS 4.300 mg/L)

Como se ha comentado anteriormente la investigación se realizó en condiciones ambientales reales, por ello se observa en el primer experimento que existe variabilidad en la temperatura. En esta fase las temperaturas oscilan entre 10 y 20° C durante la fase de investigación en estado estacionario, y ya en el mes de mayo, prácticamente se estacionan en torno a los 18°C (Figura 38).

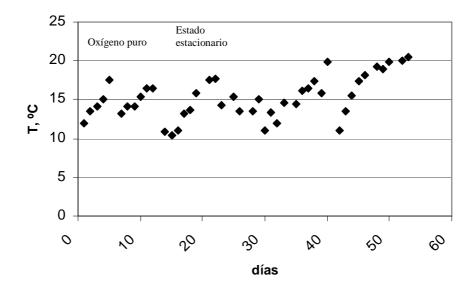


Figura 38. Evolución de la temperatura en el interior del reactor biológico en el BRM en el experimento 1.

4.1.1.4. Permeabilidad de las membranas y recuperación de permeabilidad por contralavado en el Experimento 1 (TRH 18h, MLSS 4.300 mg/L)

A continuación se exponen los resultados obtenidos de permeabilidad antes y después de realizarse el contralavado de las membranas durante el primer experimento.

El concepto de permeabilidad (K) se define como la cantidad de caudal que puede filtrar la membrana por superficie y por presión (Ecuación 10):

$$K = \frac{J}{\Delta PTM} = \frac{Q}{S_{membrana} \cdot \Delta PTM} \tag{10}$$

En la Figura 39 están representadas las permeabilidades iniciales al contralavado y finales, apreciándose claramente que la permeabilidad inicial y final desciende con el tiempo.

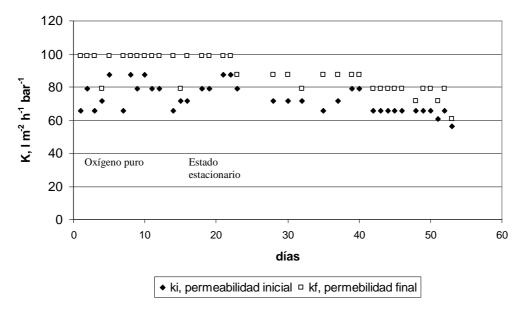


Figura 39. Permeabilidad inicial o anterior a contralavado y permeabilidad final o posterior al contralavado del experimento 1.

A continuación se calcula la recuperación de la membrana debida a las limpiezas químicas y contralavado, es decir, la permeabilidad que es capaz de recuperar la membrana tras el contralavado.

$$R(\%) = \frac{Kf - Ki}{Kf} \tag{11}$$

En la Figura 40 están representados los porcentajes de recuperación de permeabilidad en contralavado.

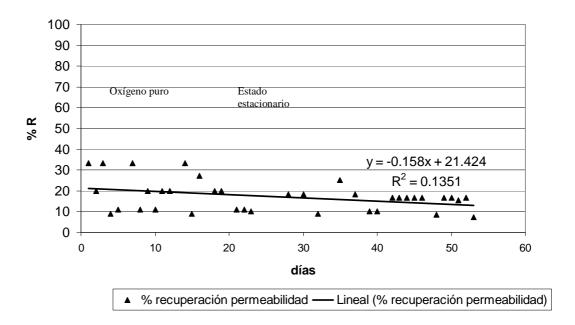


Figura 40. Porcentaje de recuperación de permeabilidad de las membranas debido al contralavado del experimento 1.

En dicha figura se aprecia claramente que dicho porcentaje de recuperación disminuye con el tiempo. Observando la línea de regresión este porcentaje disminuye en torno al 25% aproximadamente

4.1.1.5. Presiones de funcionamiento en el Experimento 1 (TRH 18h, MLSS 4.300 mg/L)

En este apartado se verá la presión transmembrana existente en la primera fase de experimentación.

En la Figura 41 se observa la evolución de la presión transmembrana a lo largo del experimento. Se pueden apreciar los cambios de presión los días en los que se realizó la limpieza química con HClO.

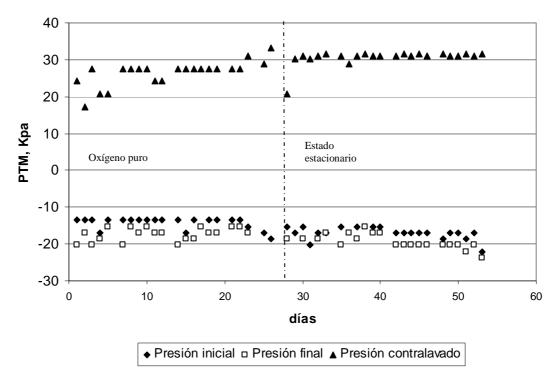


Figura 41. Evolución de la presión transmembrana en el inicio del ciclo de filtrado, final del ciclo de filtrado y en el ciclo de contralavado en el experimento 1 (línea punteada: limpieza química).

Durante la presente fase de investigación las presiones se mostraron bastante constantes en el tiempo, por lo que no se hizo necesario un cambio de membranas o un aumento del número de las mismas. Sólo se hizo necesario una limpieza química el día 28.

4.1.1.6. Evolución de la DBO₅ y DQO en el Experimento 1 (TRH 18h, MLSS 4.300 mg/L)

En este apartado se muestran los valores de DBO₅ y DQO, tanto del efluente (agua residual) procedente de la salida del decantador primario de la planta de aguas residuales que constituye el influente del biorreactor de membranas, como el efluente del biorreactor de membranas.

En la Figura 42 se muestran los valores de DBO₅ y DQO del influente al biorreactor de membranas del primer experimento. Los valores se mantuvieron estables a lo largo del tiempo, sólo sufriendo variaciones significativas en momentos puntuales, lo que hizo que no se viera afectado el normal funcionamiento del biorreactor de membranas.

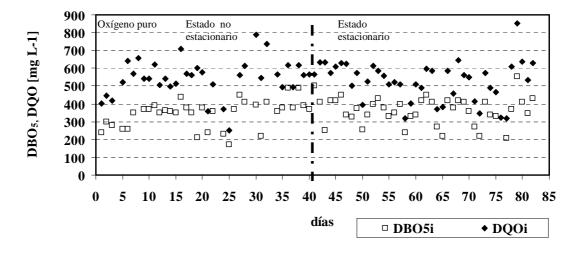


Figura 42. Evolución de DQO y DBO_5 del influente del biorreactor de membranas en el experimento 1.

La Figura 43 muestra los valores de salida del biorreactor de membranas, es decir del agua permeada a través de la membrana. Los valores obtenidos muestran un efluente de alta calidad a partir de los veinte días de operación. Este hecho es normal teniendo en cuenta que la DQO y DBO₅ originadas a partir de la materia particulada se elimina por la membrana al filtrar prácticamente todos los sólidos en suspensión (SS), quedando sólo la fracción soluble que se elimina mediante el proceso biológico cuando las condiciones de operación son apropiadas. Sólo

aumentaron su valor los últimos días, pero se mantuvo la alta eficiencia de eliminación de materia orgánica, y siempre estando por debajo de 25 mg/L, cumpliendo la legislación para el vertido de aguas residuales urbanas.

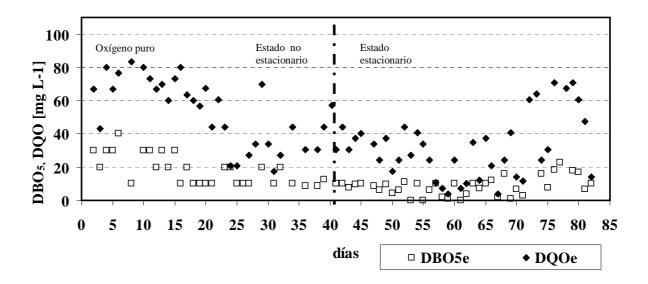


Figura 43. Evolución de DQO y DBO_5 del efluente del biorreactor de membranas en el experimento 1.

La DQO media del influente fue 531,3 mg/L y una DBO₅ 377,3 mg/L, lo que da una relación de biodegradabilidad de 0,710. Las medias de salida fueron de DQO mg/L 23,5 y una DBO₅ 9,4 mg/L, lo que en este último parámetro se puede decir que se alcanza un rendimiento, con estas condiciones de funcionamiento, de 95,59% para la DQO, y 97,50% para la DBO₅, valores difícilmente alcanzables en un proceso de fangos activos, por supuesto, de oxidación prolongada, y donde la carga másica (C_m) debe ser inferior a 0,05 kgDBO₅/d MLSS, con el condicionante del aumento del índice de Molhman (IM), que puede ocasionar una salida mayor de la permitida de SS, lo que en este proceso es prácticamente imposible.

4.1.1.7. Evolución de pH y conductividad en el Experimento 1 (TRH 18h, MLSS 4.300 mg/L)

Se analizó el pH y la conductividad tanto en el influente, en el biorreactor de membranas, como en el efluente a lo largo de todo el experimento.

La Figura 44 muestra la evolución del pH del influente y del efluente del reactor biológico del primer experimento, no mostrando variaciones significativas el pH tanto en el influente como en el efluente.

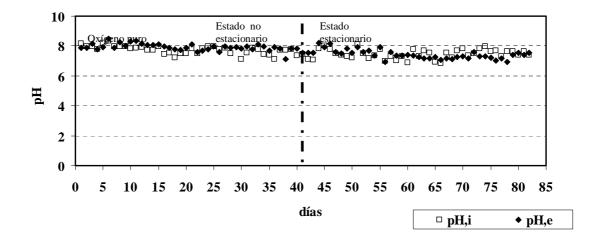


Figura 44. Evolución del pH del influente y efluente en el experimento 1.

La Figura 45 muestra la evolución del pH del influente y del efluente del reactor biológico del primer experimento, mostrando variaciones la conductividad en torno a los días 5 y 23 en ambos casos, fluctuaciones normales debido a que se trabajó en condiciones reales. Si se observa una ligera tendencia al descenso del pH al final del experimento, coincidente con un descenso en la conductividad, produciéndose debido a una nitrificación del sistema

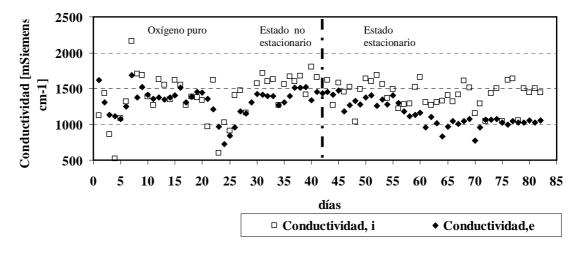


Figura 45. Evolución de la conductividad del influente y el efluente en el experimento 1.

La Figura 46 muestra el pH y conductividad del licor mezcla del biorreactor de membranas, se observa que existe una disminución en la conductividad en los primeros días coincidente con la disminución de conductividad observada en el influente. El pH se mantiene en torno a la neutralidad durante todo el periodo del experimento y la conductividad disminuye significativamente al final del experimento, coincidiendo con la bajada de conductividad del influente.

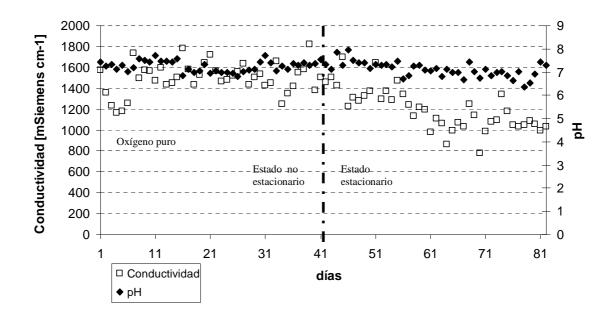


Figura 46. Evolución del pH y conductividad del licor mezcla del biorreactor de membranas en el experimento 1.

4.1.1.8. Evolución de los sólidos en suspensión en efluente e influente en el Experimento 1 (TRH 18h, MLSS 4.300 mg/L)

En este apartado se analizarán los sólidos en suspensión tanto a la entrada del biorreactor de membrana o influente y a la salida del biorreactor de membrana o efluente en el primer experimento.

En la Figura 47 se observan los sólidos en suspensión y sólidos en suspensión volátiles del influente mostrando fluctuaciones lógicas al trabajar en condiciones reales de alimentación procedente de la planta real.

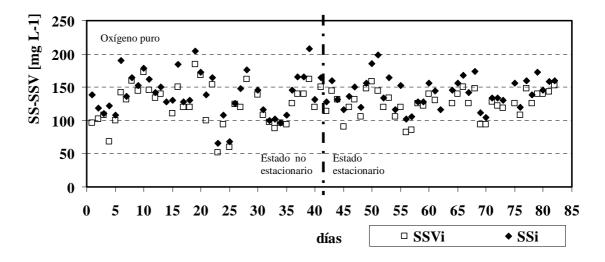


Figura 47. Evolución de los sólidos en suspensión (SS) y sólidos en suspensión volátiles (SSV) del influente de entrada del biorreactor de membranas en el experimento 1.

En la Figura 48 se observan los sólidos en suspensión y sólidos en suspensión volátiles del efluente estando siempre por debajo de 10 mg/L, dejando constancia de la alta eficiencia de filtración de las membranas a lo largo del experimento, con independencia de las fluctuaciones de sólidos en suspensión en la alimentación.

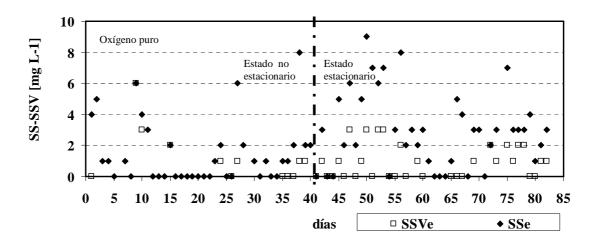


Figura 48. Evolución de los sólidos en suspensión (SS) y sólidos en suspensión volátiles (SSV) del efluente de salida del biorreactor de membranas en el experimento 1.

Los SS medio del influente fue 531,3 mg/L y la de salida mg/L, por lo que el rendimiento de eliminación de SS en estas condiciones de operación fue del 98,0%. Estos valores dejan constancia de la alta eficiencia de filtrado del sistema, que al igual que otros autores, siempre por están por encima del 90% (Cornel *et al.*, 2007, Kim *et al.*, 2008).

4.1.1.9. Análisis del tamaño y distribución de partículas en el Experimento 1 (TRH 18h, MLSS 4.300 mg/L)

El análisis y distribución del tamaño de partículas se realiza debido a que la analítica convencional de sólidos en suspensión nos da solamente una idea parcial de lo que pasa a través de la membrana ya que no nos da información de si la membrana está filtrando con el tamaño de poro que debe. El número de partículas por tamaño da una mejor representación de la eficiencia de filtración.

En la Figura 49 se observa los análisis de tamaño y distribución de las partículas realizados semanalmente durante el primer experimento a la salida del biorreactor de membranas o efluente. Se observa si se atiende a la escala una gran eliminación de partículas por tamaño, observándose que la mayoría de partículas a la salida están por debajo de 0,8 µm.

También se observa que conforme se aleja de la semana de puesta en marcha el número de partículas disminuye.

Reseñar que en la 8ª semana existe un pico de partículas a 2 µm debido a que se realizó una limpieza química de las membranas el mismo día, por lo que se deduce que el análisis de partículas hay que hacerlo un día posterior a cualquier limpieza química para obtener un resultado más representativo.

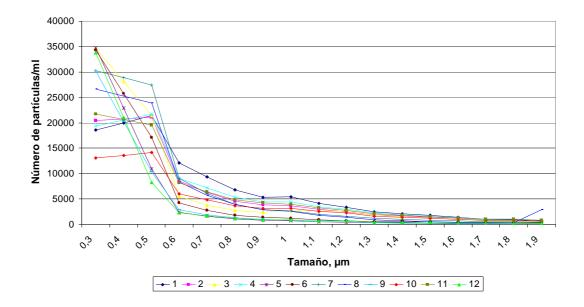


Figura 49. Análisis de tamaño y distribución de partículas del efluente durante el experimento 1.

4.1.1.10. Determinación de coliformes fecales, coliformes totales y heterótrofos en el Experimento 1 (TRH 18h, MLSS 4.300 mg/L)

Con el fin de estudiar la capacidad del sistema para eliminar microorganismos patógenos, se realizó un recuento semanal del indicador de contaminación fecal de coliformes totales y fecales (en forma de *Escherichia coli*) haciéndolo coincidir con el análisis de tamaño y distribución de partículas. Este parámetro de contaminación microbiológica es el fijado por la normativa de las aguas regeneradas.

Durante el período del experimento se estudiaron tres puntos de muestreo: la entrada de la planta piloto, el biorreactor y la salida, para así poder estudiar la capacidad del sistema para eliminar microorganismos patógenos.

La Figura 50 muestra el recuento de *E. Coli* en forma de coliformes fecales del primer experimento donde el recuento tanto en el reactor biológico como en el influente es muy similar, sin mostrar cambios significativos durante todo el experimento. El recuento se expresa en unidades del logaritmo de unidades

formadoras de colonias por mililitro para hacerlas directamente comparables. Las unidades de unidades formadoras de colonias del efluente se expresaron en unidades formadoras de colonia por cada 100 mL para hacerlas directamente comparables con la escala propuesta por la normativa y para ver su tendencia a lo largo del experimento.

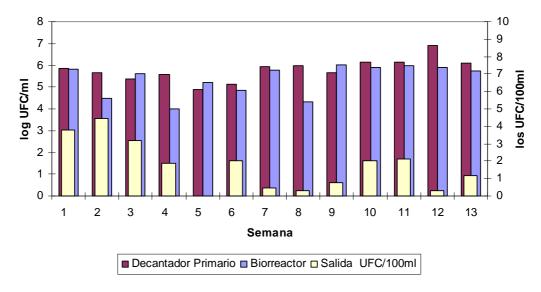


Figura 50. Coliformes fecales detectados en el influente, biorreactor de membrana y efluente durante el experimento 1.

En la Figura se observa que las dos primeras semanas el valor se encontró por encima del máximo permitido para la reutilización de aguas residuales, pero a partir de la tercera semana coincidiendo con el periodo de estado estacionario, este valor se redujo por debajo de los límites legales llegándose incluso a la eliminación en un 100%. Con estas mediciones se comprueba que se cumple un requisito indispensable para la reutilización de aguas residuales ya que, a pesar de que según la medición hay un paso de *E. Coli*, es despreciable debido a la sensibilidad de la medida.

Para ahondar más en este requerimiento legal se realizó el recuento de coliformes totales, ya que al ser más restrictiva siempre cumplirá la normativa para *E. Coli* si se cumple para este indicador. En la Figura 51 se encuentran los coliformes fecales detectados en el influente, biorreactor de membrana y efluente.

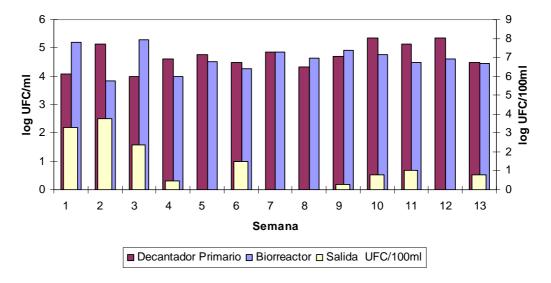


Figura 51. Coliformes totales detectados en el influente, biorreactor de membrana y efluente durante el experimento 1.

En la Figura 51 se puede apreciar como se conserva la relación coliformes del influente y biorreactor, y como en las primeras semanas no se cumple la normativa, después cumplen los requerimientos legales para la reutilización de aguas residuales con un gran rendimiento de eliminación de patógenos.

Tal como se dijo en materiales y métodos se hizo un recuento de heterótrofos que engloban a la *E. Coli*, por lo que siempre será mayor que el recuento de coliformes fecales, y bacterias del ambiente que se alimentan de estas, luego el que se mantengan en un valor constante es un buen indicador de que no hay ningún tipo de patógeno que afecte al sistema. En la Figura 52 se pueden ver los coliformes fecales, totales y heterótrofos obtenidos en el influente donde se aprecia que los heterótrofos se mantienen constantes a lo largo del experimento a pesar de las variaciones de *E. Coli*.

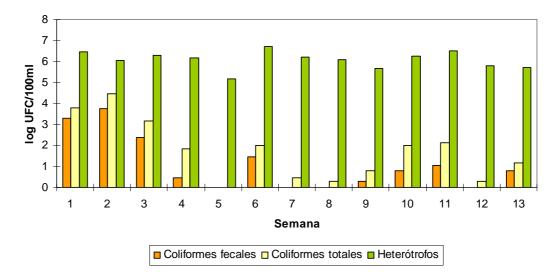


Figura 52. Coliformes fecales, totales y heterótrofos detectados en el influente durante el experimento 1.

4.1.1.11. Viscosidad en el Experimento 1 (TRH 18h, MLSS 4.300 mg/L)

Se realizó la medida de la viscosidad periódicamente en el primer experimento ya que está relacionada directamente con el ensuciamiento de la membrana, midiéndose a distintas temperaturas y se interpoló seguidamente a la temperatura del proceso mediante la ecuación de Andrade (Ecuación 40). Las temperaturas a las que se hizo los experimentos eran 10-20-30-40°C para que la interpolación a la temperatura de operación estuviera dentro del rango de medidas para asegurar la mayor fiabilidad posible en dicha interpolación.

La Figura 53 muestra tanto la viscosidad interpolada a temperatura de operación como la viscosidad a 20° C para poder luego relacionar dicho parámetro con los otros parámetros de operación corregidos a dicha temperatura y los sólidos en suspensión del licor mezcla para apreciar la interrelación existente entre dichos parámetros. De la Figura 53 se puede apreciar que las diferencias de viscosidad interpolada a temperatura de operación y 20°C no presentan diferencias significativas y guarda una fuerte interrelación.

Se puede concluir que sobre todo en los primeros días (estado no estacionario) la interrelación entre dichos parámetros si es bastante fuerte, incluso en estado estacionario, donde una bajada de sólidos en suspensión en torno al día 67 supone una bajada de viscosidad. Esta interrelación también se mantiene más tarde. No es posible ver la relación entre los MLSS y la viscosidad durante esta fase ya que se mantuvieron prácticamente constante y sólo en algunos días (días 56 y 57) donde los MLSS aumentan es posible ver un incremento de la viscosidad, este efecto se corresponde con lo observado por otros autores (Stephenson *et al.*, 2002, Khongnakorn *et al.*, 2007, Giordano *et al.*, 2007, Guibaud *et al.*, 2004).

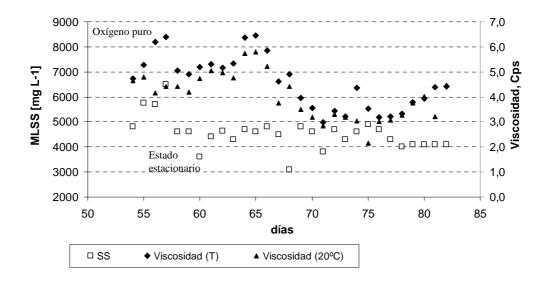


Figura 53. Evolución de la viscosidad a temperatura de operación (T) y 20° C frente a los sólidos en suspensión del licor mezcla del biorreactor de membranas (MLSS) durante el experimento 1.

4.1.1.12. Alfa-factor en el Experimento 1 (TRH 18h, MLSS 4.300 mg/L)

Para la medición se hizo la media de la concentración de oxígeno a dos alturas distintas. Se partió de una alta concentración de oxígeno en el biorreactor de membranas. La Figura 54 muestra la evolución de la concentración de oxígeno media obtenida.

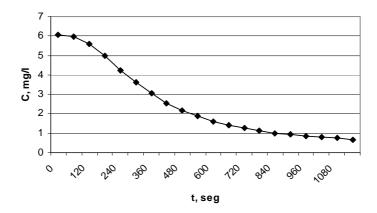


Figura 54. Evolución de la concentración media de oxígeno en el biorreactor de membranas durante el experimento para la obtención del alfa-factor en el experimento 1.

En la Figura 55 se puede apreciar el tratamiento matemático de este experimento por el que se obtuvo una K_L a corregida a 20° C de 9,03·10⁻⁴ s⁻¹. La temperatura a la que se realizó el experimento fue de 19° C.

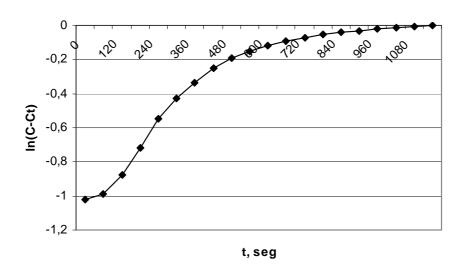


Figura 55. Tratamiento matemático para la obtención del coeficiente de transferencia de masas conducente a la obtención del alfa-factor del experimento 1.

Tal y como se describe en el Materiales y Métodos punto 1.1.10.1 el coeficiente de transferencia de masas se obtiene mediante la evaluación de la Ecuación 17.

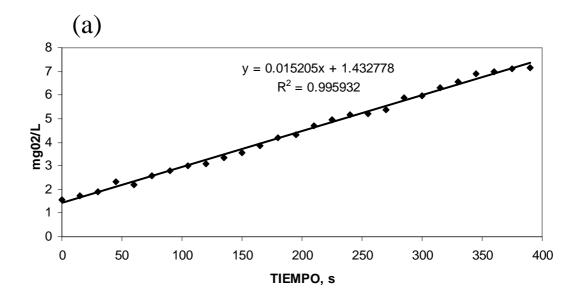
$$\ln(C_S - C) = \ln(C_S - C_0) - K_L a \cdot t = cons \tan te - K_L a \cdot t$$

Donde C_s es la concentración de saturación, C_0 la concentración inicial de oxígeno disuelto (8 mg/L) y C la concentración de oxígeno disuelto en cada instante.

4.1.2. Medida alternativa del alfa-factor mediante balance de masas.

Uno de los principales objetivos de esta investigación es cuantificar la eficiencia de la aireación con oxígeno puro en el proceso biológico en el sistema de biorreactor de membrana. Para poder estimar esta eficiencia en esta primera fase de la investigación se utiliza también el αkla-factor (Ecuación 21), es decir, el cálculo mediante balance de masas, comparando la eficiencia de la difusión de oxígeno al medio en comparación con agua limpia o de grifo en diferentes experimentos para determinar la evolución de la concentración de oxígeno en el biorreactor de membranas. Seguidamente se calcula con la Ecuación 14, es decir, mediante medida de subida y bajada de concentración de oxígeno en el medio. En esta investigación de choque la discusión se hizo mediante el primer método de cálculo ya que para atestiguar que el segundo era coherente se necesitó repetir la metodología, aunque aquí se va a incluir la comparación de ambas. Algunos autores se refieren a esta transferencia de oxígeno como el efecto de la intensidad de mezclado que valora y tiene en cuenta la intensidad de mezclado, la geometría del tanque en el proceso de transferencia de gases, ambos factores determinantes en el diseño de los sistemas de aireación (Brooks et al., 2002).

Estos experimentos se llevaron a cabo en la planta piloto en condiciones de estado estacionario (día 83) y en la misma planta piloto con agua del grifo (Figura 56). En la Figura 56 se muestran los incrementos en la concentración de oxígeno disuelto después de empezar el suministro de oxígeno (Figura 56 a y b) en agua de grifo y en el licor mezcla respectivamente y como desciende la concentración de oxígeno disuelto después de parar el suministro de oxígeno (Figura 57 a y b) en ambos casos.



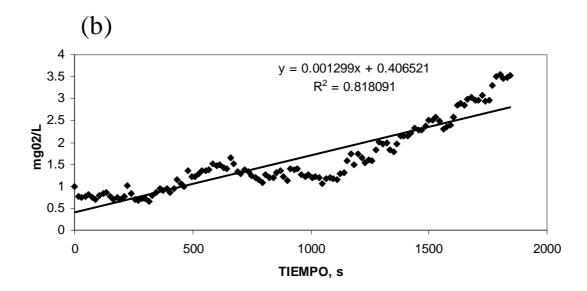
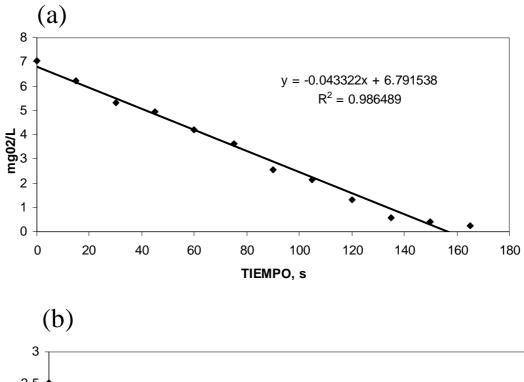


Figura 56. Experimentos para determinar el akla-factor: a) incremento de la concentración de oxígeno disuelto en agua de grifo; b) Incremento de la concentración de oxígeno disuelto en las condiciones de MLSS en el estado estacionario.



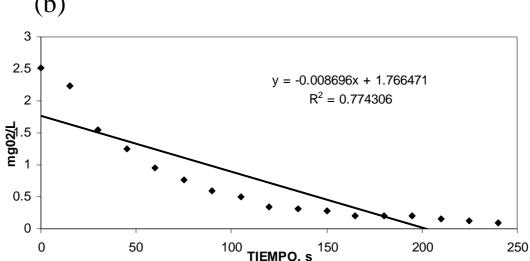


Figura 57. Experimentos para determinar el akla-factor: a) descenso de la concentración de oxígeno disuelto en agua de grifo; d) Descenso de la concentración de oxígeno disuelto en la concentración de oxígeno disuelto bajo las condiciones de MLSS en el estado estacionario.

Se ha calculado αKLa teniendo en cuenta la pendiente en el experimento de incremento y descenso en la concentración de oxígeno (Figura 57) para obtener un valor de 4,718 L/h aplicando la ecuación 17. Luego se obtuvo el αKLa del agua de grifo de la misma forma con un valor de 19.845 L/h. y finalmente aplicando la ecuación 21 se obtuvo el alfa factor de ambos entendiendo como tal el coeficiente de ambos. Estos valores se han corregido a 20° C con al ecuación 22 antes de

calcularse el alfa factor. Todos estos valores se recogen en la Tabla 12. Se aprecia claramente como la transferencia de oxígeno en agua del grifo es mayor que en la de licor mezcla en el estado estacionario de operación.

Tabla 12. Valores medios en el cálculo del akla-factor.

	Estado	
	Estacionario	Agua de grifo
Temperatura, ° C	17,00	21,00
Concentración de saturación de oxígeno disuelto, mg/L	7,94	9,06
Incremento de velocidad de la concentración de oxígeno disuelto, mg/(L·seg)	0,002537	0,015205
Descenso de la velocidad de la concentración de oxígeno disuelto, $mg/(L\cdot seg)$	0,011798	0,043322
Concentración inicial de oxígeno disuelto en el experimento, mg/L	4,457	7,090
Concentración de oxígeno disuelto en el estado estacionario, mg/L	2,800	-
αKLa, 1/h	4,394	20,321
αKLa (a 20° C), 1/h	4,718	19,845
β -factor	0,876	1,000
α-factor	0,238	1,000
Φee (estado estacionario), g/h	8,621	
Q*C, g/h	0,063	
$V*\alpha K_L a(C*-C)$,g/h	8,684	
Caudal másico de oxígeno en estado estacionario, g/h	17,368	

El alfa factor obtenido fue de 0,238, dando una idea de la pérdida de eficacia en la aireación cuando aumenta los MLSS. Se han obtenido valores más altos del alfa factor a 4.300 mg/L en otros experimentos con diferentes configuraciones de BRM (Judd, 2006) pero la eficiencia es razonable debido a que la varibilidad a la que está sujeto cualquier sistema trabajando en condiciones reales puede hacer variar la medida experimental del alfa factor ya que depende de múltiples factores como la calidad del agua residual requerida, intensidad de la mezcla o turbulencia, concentración de sólidos en suspensión o incluso el método de escalado de los aireadores (Stenstrom *et al.*, 1981), teniendo en cuenta esto, y los resultados de eliminación de materia orgánica se puede considerar que el uso de

oxígeno puro es adecuado para el funcionamiento del sistema que se está estudiando en las condiciones de proceso.

Tal y como se apuntó anteriormente, se obtuvo el alfa-factor mediante el método de la linealización de la bajada de la concentración de oxígeno, obteniendo un valor en este caso del 0,612. Valor muy diferente al obtenido, pero que sólo se pudo comprobar su validez cuando se estudiaron distintas condiciones de operación.

De las dos formas de medida de la tranferencia de oxígeno la más extendida es el método de linealización de la bajada de la concentración de oxígeno, descartándose así la del α-K_I a por no dar resultados lógicos.

Otras investigaciones como la de Muller *et al.*, 1995, obtuvieron un alfa factor de 0,98 trabajando a 3.000 mg/L y se obtuvo otro valor de 0,671 trabajando a nuestro valor medio de SS de 4.300 mg/L por Krampe *et al.*, 2003, esto valores difieren de los obtenidos en la presente investigación, pero hay que tener en cuenta las condiciones específicas de operación y la variabilidad siempre presente en una planta piloto. Por otra parte uno de los parámetros más importantes en la medida del alfa factor es la temperatura ya que la concentración de saturación del oxígeno disuelto aumenta con la temperatura (Bewtra *et al.*, 1970), como se puede comprobar en la Figura 38 la temperatura durante las condiciones de estado estacionario se mantuvo prácticamente constante, pudiéndose afirmar de esta forma que la transferencia de oxígeno a lo largo del experimento permanece prácticamente constante.

El caudal teórico en estado estacionario (17,368 g/h) se obtuvo con el αKLa calculado con el experimento de transferencia de oxígeno en el estado estacionario, (Figura 16), se aplicó el balance de masas al reactor (ecuación 13), donde dC/dt=0, siendo la concentración de oxígeno disuelto 2,8 mgO₂/L en el estado estacionario de operación. Esto junto al αKLa calculado es posible determinar Φee (caudal de oxígeno consumido por la biomasa en estado estacionario).

También se ha calculado el efecto de los otros términos en la ecuación 13 en estado estacionario, donde Q*C es el caudal másico de oxígeno que se pierde en el efluente del biorreactor y V* αKLa(C*-C) es el caudal másico relacionado con el caudal de oxígeno transferido al líquido (ecuación 19). Se puede apreciar en la Tabla 12 que el principal consumo del caudal de oxígeno se debe a Φee y V*αKLa(C*-C).

Otros investigadores han apuntado que el alfa factor disminuye con el incremento de la concentración de SS y que el diseño y sistema de aireación no tiene un impacto significativo en el alfa factor (Henkel *et al.*, 2009). Para asegurar esto habría que aumentar la concentración de sólidos en suspensión y comparar los resultados con el presente estudios ya que, aunque aún estando los parámetros en el mismo orden de magnitud no presentan el mismo valor, hecho que puede ser debido a la misma variabilidad del proceso, actualmente este aspecto no se puede discutir con los resultados obtenidos y otros experimento similares al actual, pero en la investigación de fondo se estudiarán condiciones de mayor concentración en MLSS para determinar y evaluar el efecto del incremento de sólidos en suspensión en la capacidad de aireación con oxígeno puro en tecnologías de biorreactores de membranas.

4.1.3. Conclusiones y modificación de las condiciones de partida

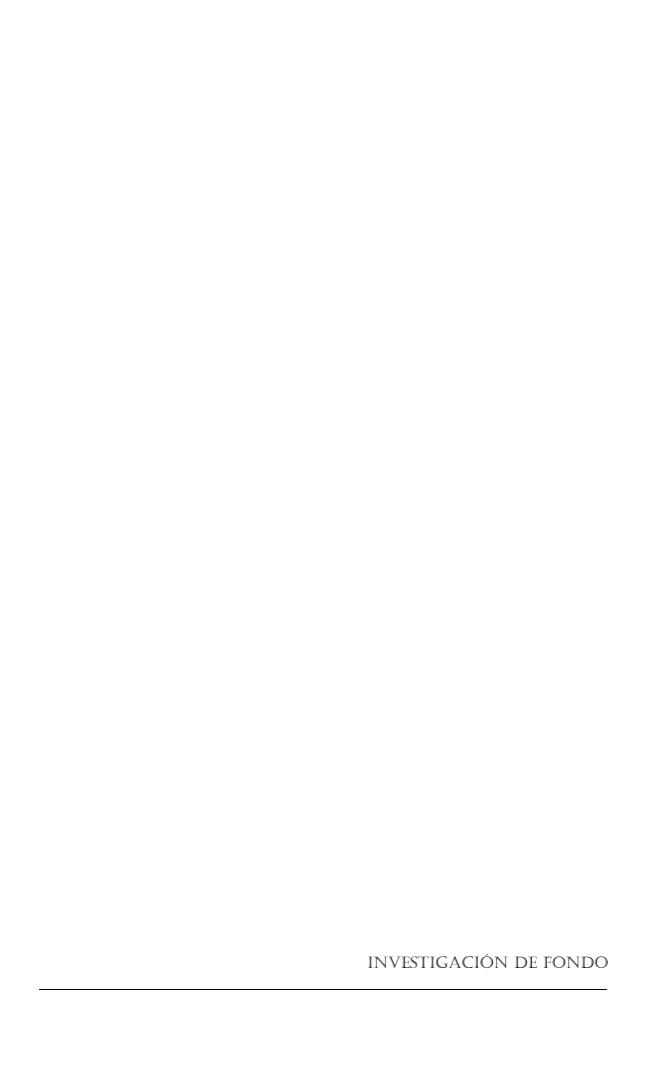
Estas conclusiones y recomendaciones previas van destinadas a desestimar algunas de las condiciones previas. Se han medido las propiedades reológicas (viscosidad) del fango y la capacidad de transferencia de oxígeno en una planta piloto de BRM de fibra hueca en condiciones reales de operación en el estado estacionario, para entender mejor el comportamiento del sistema cuando se usa oxígeno puro para garantizar las condiciones aeróbicas del sistema BRM. Las condiciones de operación impuestas fueron una concentración MLSS de 4.300 mg/L en estado estacionario y un TRH de 18 horas. Los resultados obtenidos en el estudio, una vez realizado el estudio de interrelación de las variables del proceso, se pueden resumir en las siguientes conclusiones previas:

- 1. Nuestros datos mostraron que los sistemas BRM equipados con una membrana de ultrafiltración (0,04 μm) usando oxígeno puro para aportar las condiciones aeróbicas necesarias en un proceso biológico fue eficiente bajo nuestras condiciones experimentales con una alta eficiencia en la eliminación de materia orgánica. 93,7% de eficiencia de eliminación de materia orgánica en forma de DQO y 96,5% en forma de DBO₅.
- 2. La viscosidad medida en condiciones de estado estacionario fue prácticamente constante con la concentración de MLSS, y bajo las condiciones de operación estudiada la viscosidad a la temperatura de operación y la viscosidad a 20° C no presentan diferencias apreciables.
- 3. αKLa es un parámetro adecuado para caracterizar el funcionamiento del sistema aeróbico, como algunos autores apuntan la reproducibilidad de la medida es difícil, y después de comprobar que el método de linealización de la bajada de la concentración de oxígeno con el tiempo es óptima, en la Investigación de Fondo se seguirá dicho método.
- 4. Según el modelo aplicado los principales efectos en el caudal de oxígeno consumido son la biomasa y la cantidad de oxígeno transferido al líquido.

Para continuar con la investigación se hace necesario modificar ciertos parámetros para observar las interrelaciones existentes entre parámetros de diseño determinantes, así como introducir otros parámetros de interés propios de estos sistemas. Por ello se hace necesario continuar con el presente trabajo de investigación, incidiendo en las siguientes líneas:

 Modificar los MLSS para ver su relación con la viscosidad y el impacto en la eficiencia en la transferencia de oxígeno para llegar a una solución de compromiso de rango de MLSS y costes de operación idónea con el fin de hacer más económico el proceso.

- 2. Modificar el caudal de operación y capacidad de depuración del BRM para determinar a una escala mayor si los costes de operación y consumo se ven modificados favorablemente con mayor exactitud.
- 3. Debido a las cambiantes y extremas condiciones ambientales de Granada (inviernoverano) realizar experimentos estacionales y ver la influencia de la temperatura en el proceso con tecnologías de BRM.
- 4. Comprobar los distintos métodos de obtención de la K_La comprobando la fiabilidad y repetitividad de los métodos de balance de masas y linealización de la bajada de concentración de oxígeno con el tiempo.
- 5. También se realizará un estudio cinético del proceso, es decir, un método de dimensionamiento alternativo al usado tradicionalmente con el que se puede obtener parámetros interesantes para el diagnóstico rápido de problemas en planta o cálculo inmediato de nuevos requerimientos de la misma.



5. INVESTIGACIÓN DE FONDO

A continuación se expondrá la investigación de fondo donde, a partir de las conclusiones obtenidas en la investigación de choque y teniendo en cuenta las investigaciones existentes en biorreactores de membrana expuestas en la introducción del presente documento. Se ponen las bases para la resolución definitiva de esta investigación, donde las modificaciones pertinentes que se tienen que realizar se exponen en este capítulo.

Los sistemas de fangos activos se han mostrado como una tecnología eficaz para la eliminación de materia orgánica, sin embargo, así como los proceses en la eliminación de nutrientes, no con ello se quiere decir que siempre se precisa buscar nuevas técnicas que sean más eficientes, como las que permitan obtener efluentes con calidad suficiente para ser directamente reutilizables con un mayor aprovechamiento del espacio existente al mismo tiempo, en este sentido, la combinación del proceso biológico de fangos activos y las tecnologías de membrana aplicadas en la actualidad como tratamiento terciario de aguas residuales, se está mostrando como un sistema emergente que puede evitar los problemas de la tecnología convencional de fangos activos a la vez que se consigue un sistema compacto, mejorando a su vez los rendimientos.

En el presente proyecto de investigación se estudia los efectos que la aplicación del oxígeno industrial, en lugar de aire, ejerce sobre los sistemas de biorreactores de membrana a escala piloto, como tratamiento unificado de aguas residuales urbanas.

Mediante la presente investigación se pretende desarrollar, a nivel de planta piloto, una tecnología innovadora que aporte un proceso capaz de garantizar una calidad de agua depurada que cumpla con los requisitos exigibles en materia de reutilización de aguas depuradas, a la vez que soluciona los posibles problemas de sedimentabilidad manifestados por los sistemas de fangos activos al no existir decantación secundaria, lo que además reduce la superficie requerida. Para ello se

pretende aplicar al sistema de BRM oxígeno puro como tratamiento unificado de aguas residuales urbanas.

La presente investigación toma como punto de partida la planta piloto de biorreactores de membrana de fibra hueca existente en "Los Vados" (Granada) gestionada por la empresa EMASAGRA. Se trabajará sobre las condiciones iniciales con el fin de obtener unos datos de partida sobre los que se sustentarán el estudio en las nuevas condiciones de operación

Con respecto a las necesidades de oxígeno en el reactor biológico, éstas dependerán exclusivamente de las características del efluente a tratar y la concentración de MLSS que se tenga en el reactor, así como a la cantidad de nitrógeno reducido que se pretenda nitrificar. Se utilizarán distintos efluentes con distintos contenidos en materia orgánica directamente medible como contenido en carbono orgánico. Todo esto fijará en los ensayos la concentración de oxígeno necesaria, siendo el oxígeno una variable del proceso, teniéndose en cuenta el porcentaje posible de recuperación y la eficacia de transferencia de oxígeno (OTE).

5.1. MODIFICACIONES DE LAS CONDICIONES DE PARTIDA

Debido a que la investigación de choque se orientó principalmente en la puesta a punto de la planta piloto, se tomarán los datos obtenidos como la fase 1ª de la presente investigación, a fin de procesar luego todos los datos en conjunto para la discusión de resultados y toma de conclusiones. Además, la investigación de fondo tendrá como objetivo el estudio de las mismas variables y parámetros para ver la influencia de su cambio en el sistema. Además se modificó la planta para que fuera posible la introducción de aire en vez de oxígeno puro para aportar las condiciones óxicas al sistema para poder estudiar la influencia del uso de una u otra fuente de oxígeno.

5.1.1. Objetivos definitivos

Se define el objetivo principal de la investigación seguido de los distintos objetivos secundarios.

5.1.1.1. Objetivos principales

Analizar la concentración de MLSS, tiempo de retención hidráulico y comparación de la eficiencia de transferencia de oxígeno usando oxígeno puro o aire para el tratamiento de aguas residuales urbanas con Biorreactores de Membrana.

5.1.1.2. Objetivos secundarios

Junto con este objetivo principal también se fijan los siguientes objetivos secundarios, que son fundamentales para alcanzar el principal:

- Influencia y optimización de la concentración de MLSS en la nitrificación del sistema de biorreactores de membrana aplicados al tratamiento de aguas residuales urbanas.
- Disminución del tiempo de retención hidráulico comprobando la aplicación de los biorreatores de membrana en ampliaciones de depuradoras.
- Capacidad de digestión de los fangos en los biorreactores de membrana sumergida a distintas concentraciones de MLSS.
- Influencia de los principales parámetros en los coeficientes cinéticos del fango activo mediante análisis respirométricos.

- Influencia de los principales parámetros en la eficiencia de aireación analizando el coeficiente de transferencia de oxígeno (K_La) en distintas condiciones de operación.
- Comparación de eficiencia de depuración cuando se usa oxígeno puro o aire para suministrar las condiciones óxicas al sistema.
- Estudio del ensuciamiento de la membrana y la influencia de las condiciones de operación.

5.2. VARIABLES DEFINITIVAS

Se entiende como variable aquella magnitud, por tanto cuantificable, de influencia directa en el proceso estudiado y cuya causa de variación cuantitativa es ajena al sistema y sólo depende de hechos externos y sin influirse por el propio encadenamiento del sistema físico posterior.

5.2.1. TRH (Tiempo de Retención Hidráulica)

El tiempo de retención hidráulico se define como el volumen del reactor dividido por el caudal de entrada, se obtiene una variable que nos da el tiempo medio que está el agua residual en el interior del reactor biológico.

Se estudiará el comportamiento del sistema a distintos tiempos de retención hidráulica, parámetro directamente relacionado con el tiempo de contacto entre microorganismos y sustrato.

5.2.2. TRC (Tiempo de Retención Celular)

El tiempo medio que permanece el fango en el interior del reactor biológico pudiéndose calcular como volumen de reactor entre caudal de purga. Este

parámetro se vio modificado durante toda la investigación para ver la influencia que tenía sobre la digestión del fango.

5.2.3. Demanda Biológica de Oxígeno del influente

La demanda biológica de oxígeno es una estimación indirecta de la cantidad de materia orgánica presente en las muestras de aguas residuales. Se puede definir como la cantidad de oxígeno necesaria para oxidar por vía biológica los compuestos orgánicos biodegradables de una muestra de agua.

5.2.4. Demanda Química de Oxígeno del influente

La DQO se considera una forma de estimar la materia orgánica presente en una muestra de agua, a través de la determinación por vía química de la cantidad de oxígeno necesario para oxidarla.

5.2.5. Sólidos en Suspensión del influente

Los sólidos en suspensión son aquellas partículas presentes en el agua con un tamaño superior a 0,45 µm. Su determinación se basa en un proceso de separación sólido-líquido mediante filtración.

5.2.6. Sólidos en Suspensión Volátiles del influente

Los sólidos volátiles son los sólidos de naturaleza orgánica y, por lo tanto, posiblemente degradables por acción biológica. Para obtenerlos se volatilizan los sólidos a 550°C, y se cuantifican restando los no volátiles que quedan.

5.2.7. MLSS (Sólidos en Suspensión en el Licor Mezcla)

Sólidos en suspensión en el licor mezcla del reactor biológico, los incrementaremos o diminuiremos llegando al máximo aceptado por el fabricante de la membrana

Se establecerán distintos MLSS para ver como se comporta la planta tanto técnica como biológicamente.

5.2.8. MLSSV (Sólidos en Suspensión Volátiles en el Licor Mezcla)

Cantidad de compuesto orgánico existente en las aguas residuales, determinante en el funcionamiento del reactor como digestor aeróbico.

5.2.9. pH del influente

Variable que da información de la acidez o basicidad del medio. El intervalo de concentración para la mayoría de las actividades biológicas es limitado, de ahí que haga falta tener controlado el pH para garantizar los procesos biológicos.

5.2.10. Conductividad del influente

La conductividad es la capacidad de una solución para conducir la corriente eléctrica, la cual depende de la concentración total de iones y de la naturaleza de éstos, movilidad, valencia y concentraciones relativas, así como de la temperatura de medición.

5.2.11. Análisis de tamaño y distribución de partículas del influente

El análisis de la distribución y tamaño de las partículas del influente indica la calidad del agua a tratar en cuanto a partículas se refiere.

5.2.12. Nitrito, nitrato y amonio del influente

Concentración de nitrógeno en estado de oxidación de nitrito, nitrato y reducido en forma de amonio.

5.2.13. Nitrógeno total en el influente

Concentración de nitrógeno total en el agua residual a tratar global, es decir, en forma de nitrito, nitratos, amonio y nitrógeno orgánico.

5.2.14. Coliformes totales, fecales y heterótrofos en el influente

Los coliformes totales, fecales y heterótrofos del influente son parámetros microbiológicos que dieron una idea de la calidad del agua a tratar.

5.3. PARÁMETROS DEFINITIVOS

Se entiende como parámetro las magnitudes que expresan el resultado del tratamiento y que deben considerarse para un buen conocimiento del proceso.

Los parámetros son las medidas de comprobación analíticas o no del funcionamiento de la planta, siempre teniendo por norma el alcanzar los parámetros fijados a la normativa existente. Además, como se ha indicado anteriormente, las variables se refieren a las características de entrada o influente mientras que los parámetros se fundamentan en la salida.

5.3.1. Demanda Biológica de Oxígeno del efluente (DBO₅)

La demanda biológica de oxígeno es una estimación indirecta de la cantidad de materia orgánica presente en las muestras de aguas residuales. Se puede definir como la cantidad de oxígeno necesaria para oxidar por vía biológica los compuestos orgánicos biodegradables de una muestra de agua.

5.3.2. Demanda Química de Oxígeno del efluente (DQO)

La DQO se considera una forma de estimar la materia orgánica presente en una muestra de agua, a través de la determinación por vía química de la cantidad de oxígeno necesario para oxidar la materia reducida presente en la muestra de agua residual.

5.3.3. Sólidos en Suspensión del efluente

Los sólidos en suspensión son aquellas partículas presentes en el agua con un tamaño superior a 0,45 µm. Esta medida da una cuantificación comparable del grado de contaminación del agua.

5.3.4. Sólidos en Suspensión Volátiles del efluente

Los sólidos volátiles son los sólidos de naturaleza orgánica y, por lo tanto, posiblemente degradables por acción biológica. Este parámetro informará de la cantidad de sólidos orgánicos presentes en la muestra de agua residual.

5.3.5. pH del efluente y licor mezcla

Variable que da información de la acidez o basicidad del medio. El intervalo de concentración para la mayoría de las actividades biológicas es limitado, de ahí que haga falta tener controlado el pH para garantizar los procesos biológicos.

5.3.6. Conductividad del efluente y licor mezcla

La conductividad es la capacidad de una solución para conducir la corriente eléctrica, la cual depende de la concentración total de iones y de la naturaleza de éstos, movilidad, valencia y concentraciones relativas, así como de la temperatura de medición.

5.3.7. Análisis de tamaño y distribución de partículas del efluente

El análisis de la distribución y tamaño de las partículas del efluente indica la calidad del agua tratada en cuanto a partículas se refiere, la existencia de ensuciamiento en la membrana en su cara limpia y la existencia de fugas o roturas en las fibras de la membrana.

5.3.8. Nitrito, nitrato y amonio del efluente

Concentración de nitrógeno en estado de oxidación de nitrito, nitrato y reducido en forma de amonio.

5.3.9. Nitrógeno total en el efluente

Concentración de nitrógeno total en el agua residual a tratar global, es decir, en forma de nitrito, nitrato, amonio y nitrógeno orgánico.

5.3.10. Oxígeno disuelto en el reactor biológico

Concentración de oxígeno disuelto necesario para aportar las condiciones óxicas al sistema.

5.3.11. Temperatura

Parámetro analizado en el reactor biológico cuya influencia en la capacidad de filtración y ensuciamiento de las membranas fue estudiado así como su influencia en el proceso biológico.

5.3.12. Presión Transmembrana

Es un parámetro que informa sobre el ensuciamiento de la membrana (es directamente proporcional a ella) y se utiliza para realizar las limpiezas de las

membranas así como estudiar el comportamiento del sistema de membranas ante variaciones de carga.

5.3.13. Viscosidad

Este parámetro de caracterización del licor mezcla se midió ya que se ha demostrado que tiene una alta influencia en la eficiencia de aireación del licor mezcla, así como en el ensuciamiento de las membranas.

5.3.14. Coliformes totales, fecales y heterótrofos en el efluente

Los coliformes totales, fecales y heterótrofos del efluente son parámetros microbiológicos que dieron una idea de la calidad del agua tratada y de la capacidad de eliminación que tienen los biorreactores de membranas, por tanto cuantifican el comportamiento como desinfectante.

5.3.15. Alfa-factor

Parámetro característico de la eficiencia de aireación que cuantifica las interrelaciones entre aireación y distintas caracteristicas en el sistema que inciden directamente en la eficiencia de aireación.

5.3.16. Constantes cinéticas

Los parámetros cineticos cuantifican y explican la generación de biomasa y la velocidad con que ésta se genera. Un proceso de crecimiento celular implica el consumo de sustratos que suministren la energía y la materia prima necesaria para la síntesis del material celular y demás productos del metabolismo.

La velocidad con la que crece la biomasa se calcula mediante un balance entre la velocidad de muerte de los microorganismos y la generación de fango.

5.4. PLAN DE TRABAJO

Una vez conocidas las conclusiones de la investigación de choque se hace necesario investigar la variación de otros parámetros importantes en el funcionamiento del sistema de biorreactores de membrana, entre ellos la inyección de aire para contrastar la eficacia de transferencia de oxígeno frente al uso de oxígeno puro, variación de sólidos en suspensión en el licor mezcla (MLSS) y tiempo de retención hidráulico (TRH).

Para conseguirlo se modificó la planta y se tomo como punto inicial el correspondiente a la investigación de choque que, como se ha dicho anteriormente, sirvió para optimizar la metodología, por lo que los mismos datos se usarán para contrastar y obtener resultados, correspondiendo ahora con la Fase 1ª de la investigación de fondo

La situación de la planta piloto es la misma que en la investigación de choque, por lo que en este apartado no se expondrá la situación de la planta. A continuación se expone el cronograma seguido durante la investigación de fondo:

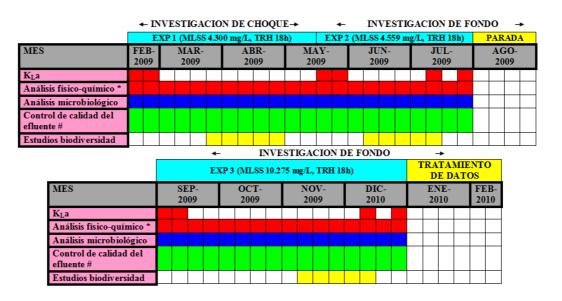


Figura 58. Cronograma seguido en los experimentos 1, 2 y 3.

EXP 1: 2/02/2009 - 30/04/2009 Con aporte de oxígeno puro. Este experimento corresponde a la investigación de choque equivalente al experimento 1 de la investigación de choque.

EXP 2: 11/05/2009 – 11/07/2009 Con aporte de oxígeno puro

EXP 3: 11/09/2009 – 12/12/2009 Con aporte de oxígeno puro; Del 12/12/2009 al 30/12/2009 Con aporte de aire

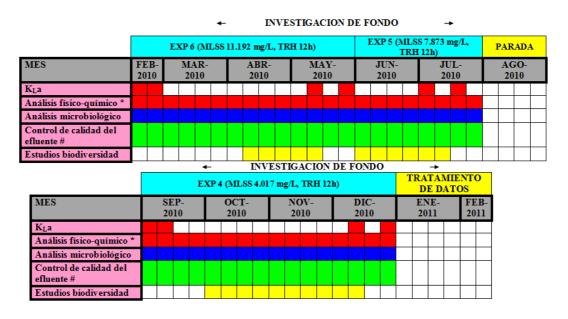


Figura 59. Cronograma seguido en los experimentos 4, 5 y 6.

EXP 6: 24/02/2010 - 14/05/2010 Con aporte de oxígeno puro; Del 14/05/2010 al 5/06/2010 Con aporte de aire. Este experimento se corresponde con el experimento 4 de la investigación de choque.

EXP 5: 04/06/2010 - 03/07/2010 Con aporte de oxígeno puro; Del 03/07/2010 al 21/07/2010 Con aporte de aire

EXP 4: 08/09/2010 – 11/11/2010 Con aporte de oxígeno puro; Del 11/11/2010 al 14/12/2010 Con aporte de aire. Este experimento se corresponde con el experimento 6 de la investigación de choque.

*: Diarios: DQO, DBO₅, MLSS, Turbidez, pH, T, Conductividad, PTM, OD, Nitrógeno. Semanales: Viscosidad.

#: Control de coliformes totales, *E. coli*, colifagos, en el agua de salida.

5.5. DISEÑO Y FUNCIONAMIENTO DE LA PLANTA EXPERIMENTAL DE BIORREACTORES DE MEMBRANA.

5.5.1. Modo de operación

Los elementos del sistema fueron los mismos que en la investigación de choque, un biorreactor cilíndrico dónde se le aplicó oxígeno puro (358 L de volumen operativo) y otro biorreactor rectangular (89 L de volumen operativo) donde se instalaron los dos módulos de membrana de ultrafiltración con 1,86 m² de superficie de filtración y 0,04 µm de tamaño de poro (ZW-10, Zenon). El biorreactor cilíndrio se dividió a su vez por un tabique deflector en dos partes, una aeróbica (316,5 L) y otra anaeróbica (41,5 L) para disponer un mayor recorrido de la fase líquida asegurando una mayor transferencia de oxígeno. La extracción del agua efluente se llevó a cabo mediante succión mecánica. Las membranas estuvieron en aireación continua con un flujo de aire tangencial de 6,8 m³/h para evitar el ensuciamiento en la superficie en la medida de lo posible y mantener los sólidos en suspensión.

Después del experimento 3, se instaló otro módulo de membranas, por lo que la superficie total de filtración pasó a ser de 2,79 m² para aumentar el flujo y así poder disminuir el tiempo de retención hidráulico. En este experimento también se procedió a la instalación del circuito de alimentación de aire que se puede ver en la Figura 60, y su diagrama de flujo la Figura 61 que constó de un rotámetro, una electroválvula de seguridad, un registrador de caudal, un manómetro visual, otro manual y dos filtros, uno de ellos para sólidos y otro para líquidos.



Figura 60. Fotografía del circuito de aire.

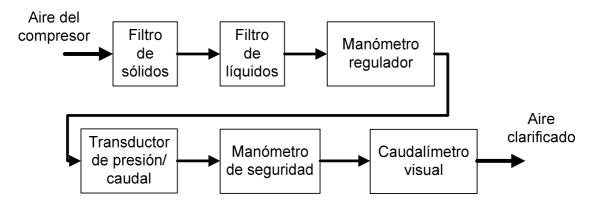


Figura 61. Diagrama de flujo del circuito de aire.

Se puede ver la disposición esquematizada de la planta en la Figura 62. En este diagrama aparece ya la posibilidad de aporte de oxígeno puro y aire

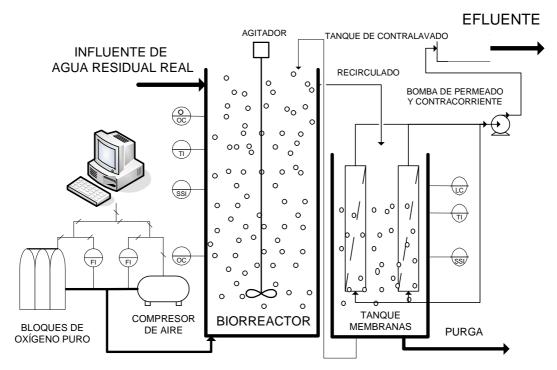


Figura 62. Diagrama de la planta piloto BRM utilizada en el presente estudio.

Los experimentos se desarrollaron de acuerdo a trabajos previos realizados (Poyatos *et al.*, 2007), es decir, se continuó con lo que los investigadores del grupo dejaron como una de las posibles líneas de investigación.

El influente en el biorreactor procedente de la decantación primaria se controló mediante un indicador de nivel conectado a la bomba de alimentación: este sistema se realiza con la finalidad de que las membranas estén siempre cubiertas por el licor mezcla.

Una vez que las membranas están sumergidas, la aspiración de la bomba forzará al líquido en el biorreactor a pasar a través de ellas, que como se ha indicado son de ultrafiltración, dejando los sólidos retenidos en el reactor biológico, aumentando así la concentración de sólidos en suspensión en el licor mezcla de (MLSS) de forma gradual. Cuando se alcanza la concentración deseada se aplica un caudal de purga o salida para mantener las condiciones deseadas en el reactor. Esta bomba invierte el flujo regularmente y manda el agua tratada dentro del tanque, para usarla como contralavado a través de la membrana. De esta forma se retiran los agregados y partículas de la superficie de la membrana.

El tiempo es mínimo y, por tanto, el volumen de agua limpia muy pequeño, no afectando a las condiciones de funcionamiento del reactor. La disposición real de la planta experimental se puede ver en la Figura 63. En dicha Figura se pueden apreciar las bombonas de oxígeno puro utilizados.



Figura 63. Planta experimental con bombonas de oxígeno puro.

La concentración de oxígeno disuelto (OD) se controló y monitorizó usando dos sensores de oxígeno disuelto LANGE LDOTM / sc100 a diferentes niveles para asegurar el mejor control posible y un set point (punto de consigna) de 2,8 mgO₂/L que da la oxigenación necesaria al medio para asegurar las condiciones aeróbicas. Además se dispuso de los dispositivos de control necesarios para monitorizar la presión transmembrana, temperatura, pH y concentración del oxígeno disuelto en el fango activo, quedando registradas en el software.

Cuando la presión transmembrana, que es la diferencia de presión que hay entre ambas caras de la membrana, se incrementa debido a las incrustaciones y ensuciamiento que van sufriendo los poros de la membrana con el tiempo y se acerca a los límites de operación que es de 50 kpa, se procede a una limpieza química para recuperar las membranas, eliminando estas incrustaciones que pueden ser tanto de naturaleza orgánica como inorgánica.

5.6. MÉTODOS ANALÍTICOS.

5.6.1. Respirometría y obtención de constantes cinéticas del BRM

El método utilizado de forma más generalizada para el cálculos de las constates cinéticas de los compuestos biodegradables es la Respirometría. Este método consiste en un número de tests respirométricos de forma discontinua. En este método se lleva parte del licor mezcla de la planta piloto experimental de aguas residuales, en este caso el biorreactor de membrana, a un respirómetro y se airea. Este sustrato se deja aireando hasta que el sustrato biodegradable se ha digerido (endogénesis). Para asegurar que se ha llegado a tal estado se tiene que obtener una línea constante de oxígeno al desconectar el aporte de oxígeno, también llamado velocidad de toma de oxígeno (Oxygen Uptake Rate, OUR). Para hacer este experimento es necesario introducir una sonda de oxígeno disuelto y registrar el valor de oxígeno con respecto del tiempo. En la presente investigación se usó un fermentador/biorreactor como respirómetro de dos litros tipo Biostat[®] A Plus (Figura 64).



Figura 64. Fermentador Biostat® A Plus de 2 litros de capacidad.

La velocidad de respiración endógena se mide después de doce horas aireando el Licor Mezcla, para asegurarnos de que todo el sustrato ha sido consumido. Después de esta fase se inyecta 150 mL de sustrato con una concentración de DQO conocida. Esto conlleva un incremento temporal en la velocidad de consumo de oxígeno (OUR) debido al metabolismo celular hasta que todo el sustrato ha sido metabolizado, hecho que no se da necesariamente al llegar la concentración de oxígeno a cero, sino hasta que haya un cambio sustancial en la pendiente, por lo que se toma como velocidad de consumo de oxígeno la inicial. En la Figura 65 se muestra una gráfica típica de evolución de oxígeno para un test respirométrico. La Figura 65a) representa el estado endógeno, sin sustrato, Figura 65b), Figura 65c), Figura 65d) y Figura 65e) muestran las adiciones de sustrato de la fase endógena añadiendo sustrato como diluciones de agua residual real. Siempre las concentraciones añadidas fueron de menor a mayor concentración para evitar errores en la medida.

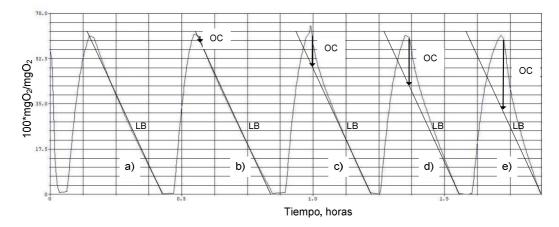


Figura 65. Evolución del oxígeno disuelto durante un experimento respirométrico típico (OC, oxígeno consumido con respecto al estado endógeno; C, concentración de sustrato de la disolución; LB, línea base constante endógena). a) Sin usar sustrato, consumo endógeno. b) Usando sustrato a concentración C_1 . c) Usando sustrato a concentración $C_2 > C_1$. d) Usando sustrato a concentración $C_3 > C_2$. e) Usando sustrato a concentración $C_4 > C_3$.

La velocidad de biodegradación del sustrato es proporcional a la velocidad de consumo de oxígeno exógeno (por consumo de sustrato) que se calcula sustrayendo la OUR endógeno del OUR total después de la adición de sustrato (Ecuación 41) (Varnrolleghem y Spanjers, 1998). El OUR exógeno se calculó en todos los experimentos en discontinuo. La constante de proporcionalidad fue 1-Y.

$$OUR_{FXO} = \Delta OUR = OUR_{TOTAL} - OUR_{FND}$$
(41)

El coeficiente de carga (Y) se calculó mediante la Ecuación 42:

$$Y = \frac{\Delta X}{\Delta S} \tag{42}$$

La Ecuación 43 representa una aproximación del número de microorganismos en el sistema:

$$\Delta X = (S_0 - S) + (OC_0 - OC) = S_0 - OC \tag{43}$$

Donde S_0 es la concentración inicial de sustrato y S es la concentración de sustrato al final del experimento en discontinuo, el cual se supone nulo inicialmente debido a la actividad microbiana. El consumo de oxígeno en el momento inicial (CO_0) se asume nulo (Helle, 1999). Estas simplificaciones se representan en la Ecuación 44, basada en la suposición de que el sustrato que no ha sido oxidado se usa para el crecimiento microbiano y que todo el sustrato añadido ha sido consumido:

$$Y = \frac{\left(S_0 - OC\right)}{S_0} = 1 - \left(\frac{OC}{S_0}\right) \tag{44}$$

Donde *OC* representa el oxígeno consumido debido al sustrato añadido y no incluye el oxígeno usado en el mantenimiento o metabolismo endógeno. Las diferencias entre velocidad de consumo de oxígeno entre fase exógena y endógena y la cantidad de oxígeno consumido se calcula dibujando líneas en el diagrama de evolución de oxígeno durante el experimento respirométrico, los datos se ajustan normalmente al modelo de Monod.

El experimento respirométrico se usa para estimar la velocidad de crecimiento específico máximo (μ_{MAX}) y la constante de Monod K_M (Henze *et al.*, 1987). La velocidad de utilización de sustrato (Sustrate Utilization Rate, r_{SU}) se obtiene de los datos de oxígeno disuelto (Vanrolleghem y Spanjers, 1998). Una vez obtenido la μ_{MAX} de la Ecuación 45:

$$r_{SU} = \mu_{\text{max}} \cdot X_1 \tag{45}$$

La constante de Monod (K_M) se calcula usando un método iterativo tipo SOLVER. El punto inicial es la máxima diferencia de velocidades de consumo de oxígeno entre la fase exógena y la endógena (ΔOUR_{MAX}) y luego se calcula la velocidad de utilización de sustrato (r_{SU}). Este método iterativo se repite hasta que la diferencia cuadrática entre el los valores de ΔOUR_{MAX} se minimizen. En la Figura 66 se representa un ejemplo típico de cálculo. a) muestra una diferencia típica entre una ΔOUR recalculada y experimental. b) muestra el ΔOUR_{MAX} usando el método iterativo SOLVER.

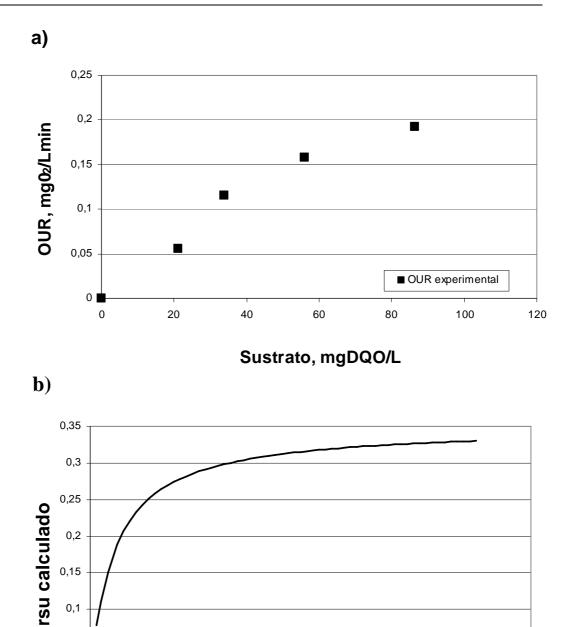


Figura 66. a) Sustrato frente velocidad de consumo de oxígeno (OUR). b) Sustrato frente consumo de oxígeno calculado OUR.

Sustrato, mgDQO/L

800

1000

1200

1400

600

0,05

0 +

200

400

Para el cálculo de la constante de hidrólisis se usa un balance de masas al sustrato definido por la Ecuación 46:

$$k_{H} = \frac{r_{su} \cdot (K_{M} + DQO)}{DQO \cdot MLSSV} \tag{46}$$

Donde k_H es el coeficiente de hidrólisis en día⁻¹. Se calcula como media de toda la experimentación diarias antes del experimento respirométrico.

Los coeficientes de hidrólisis se pueden considerar dentro de los rangos de otros estudios realizados en similares condiciones (Tabla 13).

Tabla 13. Valores medios para k_d , k_h y temperatura obtenidos por otros autores

	k _d , h ⁻¹	k _h , h ⁻¹	T, ° C
Brouwer <i>et al.</i> , 1998.		0,73-2,17	19.5-21
Sollfrank y Gujer, 1991.		0.75	10
Sollfrank y Gujer, 1991.		1.04	20
Spanjers y		2,4	20
Vanrolleghem, 1995.			
Ferrai <i>et al.</i> , 2010.		0,08-0,2	20
Çokgör' et al, 2009.	0,083	0,02	20

En dicha tabla se puede observar como la mayoría de experimentos se realizaron a 20° C, por lo que los experimentos se realizaron a dicha temperatura.

5.7. PRESENTACIÓN DE RESULTADOS

Los resultados obtenidos durante la investigación de fondo se muestran en seis fases, como se expuso en el plan de trabajo. También se volverán a plasmar los resultados de la investigación de choque que fueron susceptibles de estudio junto con los otros experimentos.

5.7.1. Experimento 2º con superficie de la membrana de 1,86 m², tiempo de retención hidráulico de 18 horas y concentración de sólidos en suspensión en el licor mezcla de 4.559 mg/L.

En esta segunda fase de la investigación de fondo se trabajó con dos módulos de membrana con un total de superficie de filtración de 1,86 m² y con un caudal de filtrado de 26,7 L/h, por lo tanto se trabajó con una carga hidráulica de 14,4 L/m²h. El caudal de contralavado fue 1,5 veces superior, esto es, de 40,1 L/h; por lo tanto la carga hidráulica de contralavado fue de 21,5 L/m²h.

El caudal de aire que es necesario aportar a la membrana con una superficie de 1,86 m² es de 6,8 m³/h atendiendo al ratio expuesto; este aire tiene la misión de evitar un rápido ensuciamiento de la membrana al circular tangencial a la misma; esta aireación se hace en un tanque independiente del reactor biológico donde se encuentra el difusor de oxígeno puro. Siempre se mantuvo en ambos tanques la concentración de oxígeno disuelto entre 1,5 y 2,5 mg/L.

Los ciclos de filtrado y de contralavado son, como se ha dicho, de 10 minutos, de los que 9 minutos 45 segundos son de filtrado y 15 segundos de contralavado con agua ya ultrafiltrada.

Como se describe en la introducción del presente documento se puede calcular la carga hidráulica neta mediante la Ecuación 5.

Siendo la carga hidráulica neta aplicada en esta fase de operación de 13,6 L/m²h. Por lo tanto, el caudal neto considerando los ciclos de filtrado y de contralavado es de 24,8 L/h; teniendo en cuenta que el volumen de reactor biológico es de 447 L, nos queda un tiempo de retención hidráulico de 18 h.

5.7.1.1. Calibrado de caudales de las membranas en el Experimento 2 (TRH 18h, MLSS 4.559 mg/L)

Al igual que en las fases anteriores se calibraron las bombas de alimentación con el potenciómetro previamente calibrado.

Como se comentó anteriormente, los caudales que puede tratar la planta dependen de la superficie de las membranas, en modo de filtración y con dos módulos (superficie 1,86 m²) y "dependiendo siempre de la calidad de agua de entrada"; los valores típicos para la ZW-10 deben variar entre 0,20 L/min (aprox. 13 L/(m²h)) y 0,5 l/min (aprox. 32,2 L/(m²h)) para evitar trabajar en carga hidráulica crítica donde las membranas sufrirían un ensuciamiento mucho más rápido, llegando incluso a ser irreversible o hasta la rotura de las fibras de las membranas, en trabajos previos se demostró que la carga hidráulica crítica estaba por debajo de 20 L/m²h (Poyatos *et al.*, 2007).

La calibración de los caudales en función de la potencia de los potenciómetros se realizó con agua potable, midiendo el volumen de filtrado por unidad de tiempo y la presión transmembrana; se obtuvieron los resultados que muestra la Tabla 14.

Tabla 14. Resultados del caudal frente a valores del potenciómetro en planta piloto de biorreactores de membrana con dos módulos de superficie total de filtración de 1,86 m² en el experimento 2.

Potencia, %	Q, L/h	P, Kpa	$\mathbf{J}, \mathbf{L}/(\mathbf{m}^2 \mathbf{h})$
10,0	5,7	10,15	3,06
12,0	10,8	11,85	5,80
14,0	15,6	12,52	8,38
16,0	18,6	13,54	10,00
18,0	22,5	15,23	12,09
20,0	25,5	16,93	13,70
22,0	28,2	18,62	15,16
24,0	30,0	20,31	16,12

Se observa que la relación existente entre potencia y caudal es lineal, cuya ecuación es Y = 1,7304x - 9,8036 como se observa en la Figura 67.

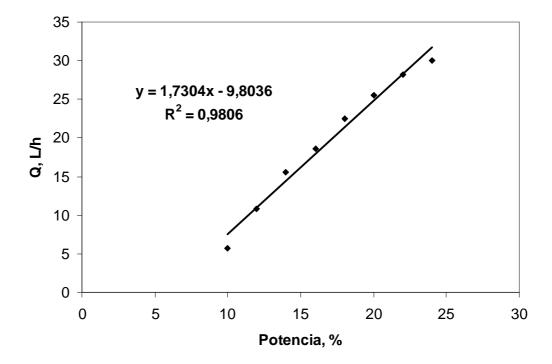


Figura 67. Caudal en L/h frente al valor del potenciómetro en % en la planta piloto de biorreactores de membrana con módulo de 1,86 m² en el experimento 2.

En la Figura 68 se aprecia la evolución de la presión transmembrana medida en función de la potencia marcada en la bomba y se puede observar como a mayor potencia existe una mayor presión transmembrana. En la Figura 69, se observa también cómo aumenta la presión transmembrana al incrementarse el caudal, por lo tanto existe una relación entre potencia, caudal y presión transmembrana; al aumentar la potencia de la bomba se incrementa el caudal a tratar de forma lineal y a su vez la presión transmembrana.

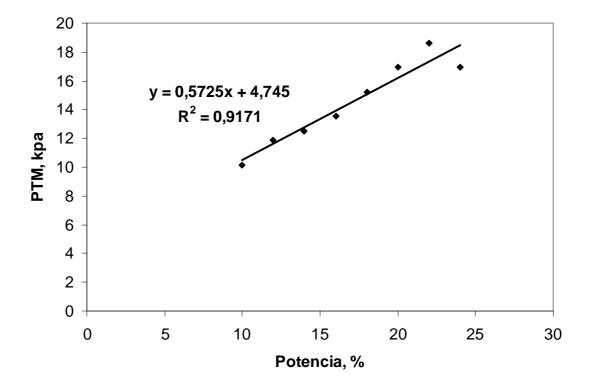


Figura 68. Presión transmembrana frente a variaciones de potencia en la planta piloto de biorreactores de membrana con módulo de $1,86~\text{m}^2$ en el experimento 2.

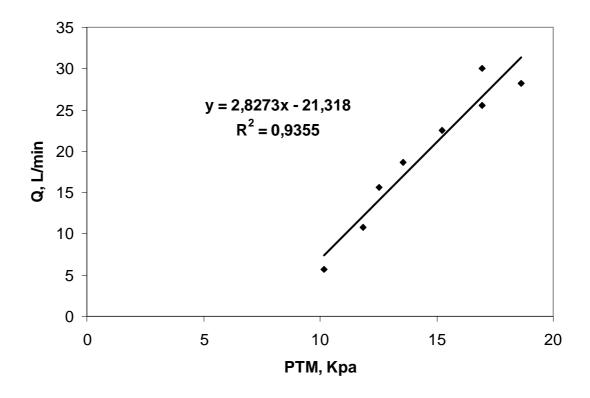


Figura 69. Presión transmembrana frente al caudal en la planta piloto de biorreactores de membrana con módulo de 1,86 m² en el experimento 2.

Siempre hay que trabajar a caudales por debajo de la presión máxima admisible indicada por el fabricante, o presión de seguridad, que en el caso de las membranas utilizadas es de -50 Kpa, según marca el fabricante. Además, teniendo en cuenta que este ensayo se realizó con agua potable, estas condiciones son las más favorables, por lo que se tiene que trabajar con valores de potencia mucho menores para evitar un rápido ensuciamiento de la membrana o una rotura de la misma. Se realizó una comprobación semanal de la relación de caudal suministrado y potencia de la bomba para evitar oscilaciones en los caudales debido a la variabilidad que pudiera ocasionarse en los potenciómetros.

El caudal de filtrado marcado en esta fase de la investigación es de 26,73 L/h, por lo tanto la potencia que se le debe de aplicar a la bomba de filtrado es del 21 %, fijándose una potencia de 1,5 veces superior para el contralavado, ésta queda en el 31,5 %.

5.7.1.2. Evolución de MLSS y MLSSV en el reactor biológico en el Experimento 2 (TRH 18h, MLSS 4.559 mg/L)

En esta segunda fase se pretendía estudiar como influye la concentración de MLSS en el biorreactor de membrana a los rendimientos de eliminación de materia orgánica y aireación de sistema, queriéndose trabajar a concentraciones de MLSS en torno a 6.000 mg/L.

En la Figura 70 se aprecia la evolución de los sólidos en suspensión en el licor mezcla y los sólidos en suspensión volátiles del biorreactor en el segundo experimento realizado. Se trabajó con acumulación de sólidos en suspensión y se realizaron purgas para conseguir estabilizar la planta en distintas concentraciones de MLSS y así analizar los distintos parámetros investigados.

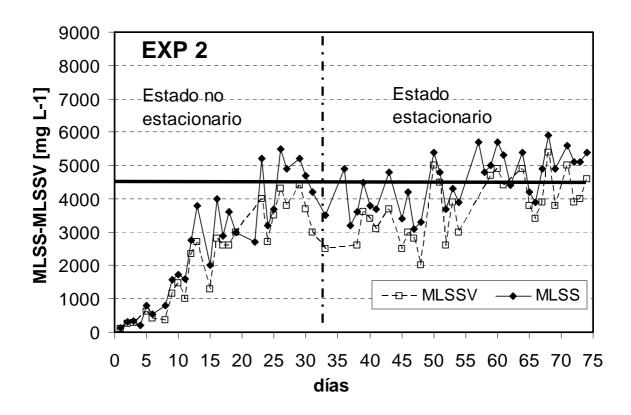


Figura 70. Evolución MLSS y MLSSV del experimento 2 en el BRM.

La concentración de MLSS y MLSSV en el sistema se ven incrementados desde el primer día, hasta una vez alcanzados los MLSS próximos a 6.000 mg/L, entonces se aplica un balance de masas al sistema para obtener el caudal de purga

necesario para mantener los MLSS constantes entorno a la concentración deseada, en este caso es de 3 L/día. Este caudal de purga se aplicó a partir del día 32 de experimentación. Se obtuvo una concentración de MLSS media en el sistema de 4.559 mg/L.

La separación antes de aplicarse la purga se le denomina estado no estacionario, después de aplicar la purga se alcanza el estado estacionario de operación el día 33. Durante el estado estacionario los MLSSV fueron el 78,7% de los totales.

5.7.1.3. Evolución de las temperaturas en el Experimento 2 (TRH 18h, MLSS 4.559 mg/L)

Como se ha comentado anteriormente la investigación se realizó en condiciones ambientales reales, por ello se observa en el segundo experimento que también existe variabilidad en la temperatura. En esta fase se observa como las temperaturas oscilan entre 16 y 30° C durante la fase de investigación, y se mantienen durante la fase de estado estacionario en torno a los 27° C (Figura 71). Estas altas temperaturas y sin demasiada variabilidad son propias de la época en la que se realizó la investigación entre mayo y julio. La media de temperatura fue de 25,5° C.

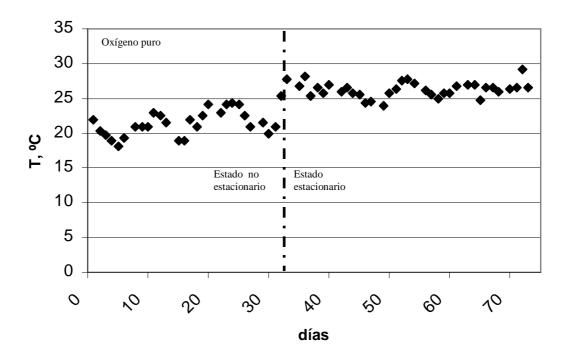


Figura 71. Evolución de la temperatura en el interior del reactor biológico en el BRM en el experimento 2.

5.7.1.4. Presiones de funcionamiento en el Experimento 2 (TRH 18h, MLSS 4.559 mg/L)

En este apartado se verá la presión transmembrana existente en la segunda fase de experimentación.

En la Figura 72 se observa la evolución de la presión transmembrana a lo largo del experimento. Se pueden apreciar los cambios de presión los días en los que se realizó la limpieza química con HClO.

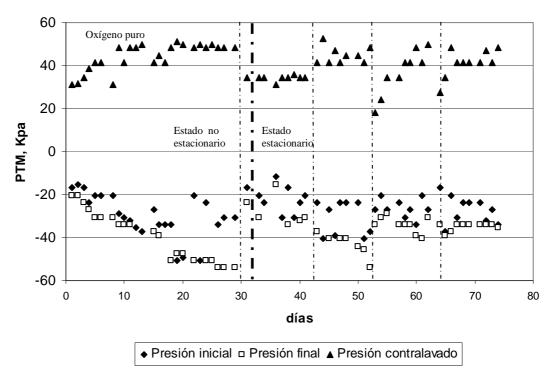


Figura 72. Evolución de la presión transmembrana en el inicio del ciclo de filtrado, final del ciclo de filtrado y en el ciclo de contralavado en el experimento 2 (línea punteada: limpieza quimica).

Durante la segunda fase de investigación si se observan grandes presiones alcanzadas y grandes diferencias entre la presión inicial y la presión final, por lo que se hizo necesario varias limpiezas químicas para mantener la presión dentro de los límites de seguridad de la membrana. Estas limpiezas químicas se realizaron los días 30, 45, 53 y 64, la segunda limpieza química dio lugar a un aumento de concentración que pudo ser debido a un error de medida o en la propia limpieza química.

5.7.1.5. Permeabilidad de las membranas y recuperación de permeabilidad por contralavado en el Experimento 2 (TRH 18h, MLSS 4.559 mg/L)

A continuación se exponen los resultados obtenidos de permeabilidad antes y después de realizarse el contralavado de las membranas durante el segundo experimento.

El concepto de permeabilidad (K) se define como la cantidad de caudal que puede filtrar la membrana por superficie y por presión (Ecuación 10).

En la Figura 73 están representadas las permeabilidades iniciales al contralavado y finales, apreciándose claramente que la permeabilidad inicial y final desciende con el tiempo.

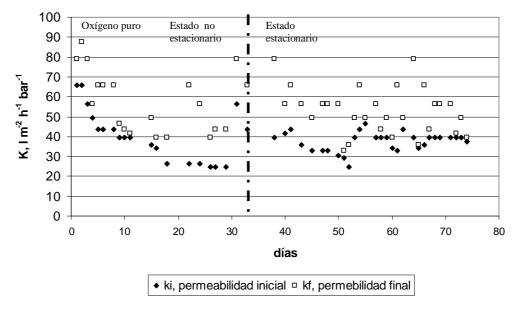


Figura 73. Permeabilidad inicial o anterior a contralavado y permeabilidad final o posterior al contralavado del experimento 2.

A continuación se calcula la recuperación de la membrana debida a las limpiezas químicas y contralavado, es decir, la permeabilidad que es capaz de recuperar la membrana tras el contralavado. En la Figura 74 están representados los porcentajes de recuperación de permeabilidad en contralavado.

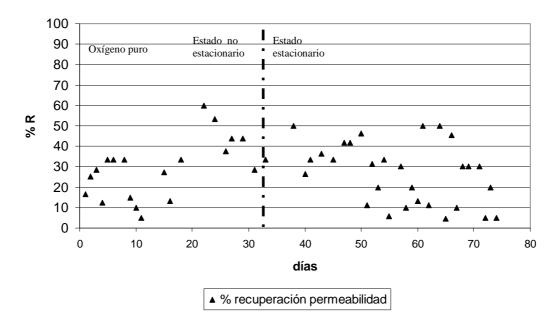


Figura 74. Porcentaje de recuperación de permeabilidad de las membranas debido al contralavado del experimento 2.

En dicha figura se aprecia que dicho porcentaje de recuperación aumenta en un momento inicial para luego mantenerse constante y finalmente descender.

5.7.1.6. Evolución de la DBO₅ y DQO en el Experimento 2 (TRH 18h, MLSS 4.559 mg/L)

En este apartado se muestran los valores de DBO₅ y DQO, tanto del efluente (agua residual) procedente de la salida del decantador primario de la planta de aguas residuales que constituye el influente del biorreactor de membranas, como el efluente del biorreactor de membranas.

En la Figura 75 se muestran los valores de DBO₅ y DQO del influente al biorreactor de membranas del segundo experimento. Los valores se mantuvieron estables a lo largo del tiempo y muy parecidos a los del experimento 1. Sólo sufrió una variación significativa a partir del día 50 hasta el 60. Esta aumento fue debido a que se trabajó con agua residual como influente en condiciones reales.

La Figura 76 muestra los valores de salida del biorreactor de membranas, es decir del agua permeada a través de la membrana. Los valores obtenidos muestran

un efluente de alta calidad a partir de los veinte días de operación. Este hecho es normal teniendo en cuenta que la DQO y DBO₅ originadas a partir de la materia particulada se elimina por la membrana al filtrar prácticamente todos los sólidos en suspensión (SS), quedando sólo la fracción soluble que se elimina mediante el proceso biológico cuando las condiciones de operación son apropiadas.

Se mantuvo la alta eficiencia de eliminación de materia orgánica estando por debajo de 25 mg/L la DBO₅ cumpliendo la legislación para el vertido de aguas residuales urbanas. Esta alta eficiencia de eliminación de materia orgánica en forma de DBO₅ y DQO se mantuvo incluso entre los días 50 y 60 de experimentación, dejando constancia de la alta eficiencia de eliminación del sistema incluso ante altas variaciones de carga.

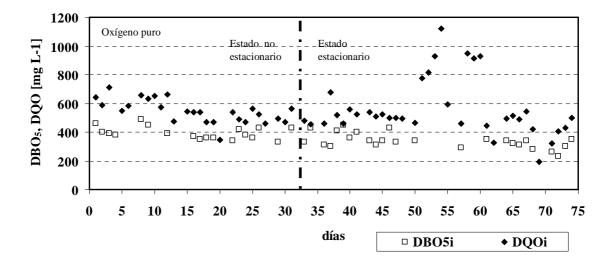


Figura 75. Evolución de DQO y DBO_5 del influente del biorreactor de membranas en el experimento 2.

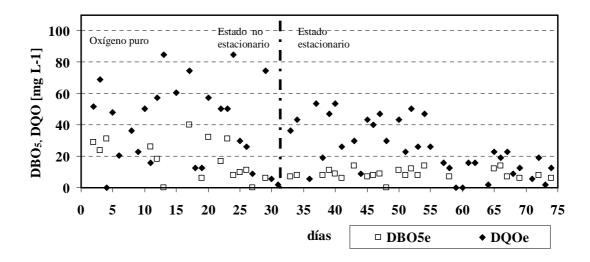


Figura 76. Evolución de DQO y DBO_5 del efluente del biorreactor de membranas en el experimento 2.

5.7.1.7. Evolución de pH y conductividad en el Experimento 2 (TRH 18h, MLSS 4.559 mg/L)

Se analizó el pH y la conductividad tanto en el influente, en el biorreactor de membranas, como en el efluente a lo largo de todo el experimento.

La Figura 77 muestra la evolución del pH del influente y del efluente del reactor biológico del segundo experimento, no mostrando variaciones significativas el pH estando por encima de la neutralidad.

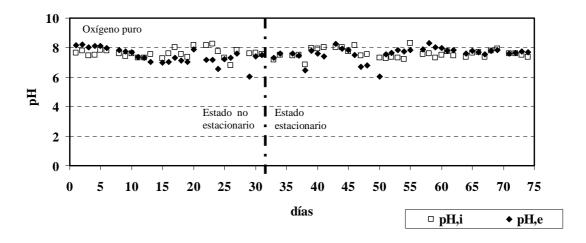


Figura 77. Evolución del pH del influente y del efluente en el experimento 2.

La Figura 78 muestra la evolución de la conductividad del influente y del efluente del segundo experimento, mostrando un descenso significativo de la conductividad al inicio del experimento coincidiendo con el periodo de puesta en marcha manteniéndose luego constante hasta el día 53 donde aumenta, estando por encima de las 2.000 µS/cm entre los días 51 y 60.

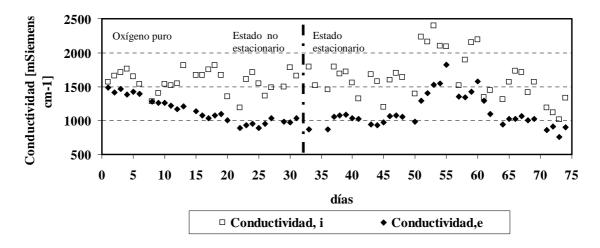


Figura 78. Evolución de la conductividad del influente y del efluente en el experimento 2.

La Figura 79 muestra el pH y conductividad del licor mezcla del biorreactor de membranas, se observa una disminución en la conductividad en los primeros días coincidente con el periodo de estado no estacionario y un aumento de la conductividad en torno al día 55 de operación, al igual que el influente y el efluente. No se observó variaciones significativas del pH, manteniéndose en torno a la neutralidad durante todo el experimento.

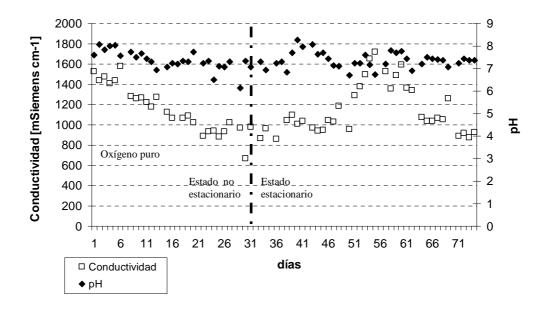


Figura 79. Evolución del pH y conductividad del licor mezcla del biorreactor de membranas en el experimento 2.

5.7.1.8. Evolución de los sólidos en suspensión en efluente e influente en el Experimento 2 (TRH 18h, MLSS 4.559 mg/L)

En este apartado se analizarán los sólidos en suspensión tanto a la entrada del biorreactor de membrana o influente y a la salida del biorreactor de membrana o efluente en el segundo experimento.

En la Figura 80 se observan los sólidos en suspensión y sólidos en suspensión volátiles del influente mostrando fluctuaciones lógicas al trabajar en condiciones reales de alimentación procedente de la planta real.

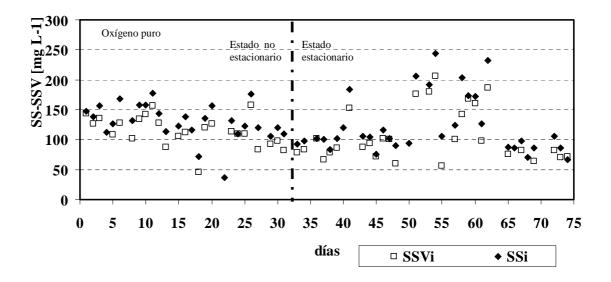


Figura 80. Evolución de los sólidos en suspensión (SS) y sólidos en suspensión volátiles (SSV) del influente de entrada del biorreactor de membranas en el experimento 2.

En la Figura 81 se observan los sólidos en suspensión y sólidos en suspensión volátiles del efluente estando la mayoría del experimento por debajo de 10 mg/L, dejando constancia de la alta eficiencia de filtración de las membranas a lo largo del experimento, con independencia de las fluctuaciones de sólidos en suspensión en la alimentación. Se superó este valor los primeros días coincidiendo con el periodo de estado no estacionario y el día 40 en el que tuvo lugar una limpieza química, por lo que probablemente los sólidos proceden del desprendimiento de biopelícula de la cara limpia de la membrana.

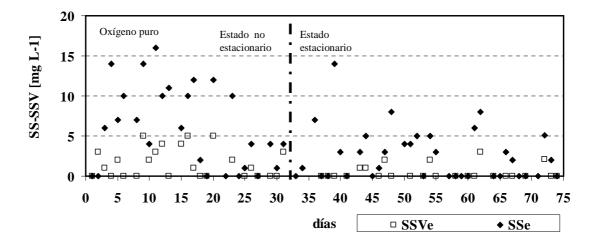


Figura 81. Evolución de los sólidos en suspensión (SS) y sólidos en suspensión volátiles (SSV) del efluente de salida del biorreactor de membranas en el experimento 2.

5.7.1.9. Análisis del tamaño y distribución de partículas en el Experimento 2 (TRH 18h, MLSS 4.559 mg/L)

En la Figura 82 se observa los análisis de tamaño y distribución de las partículas realizados semanalmente durante el segundo experimento a la salida del biorreactor de membranas o efluente. Se observa si se atiende a la escala una gran eliminación de partículas por tamaño, observándose que la mayoría de partículas a la salida están por debajo de 0,8 µm.

También se observa que conforme se aleja de la semana de puesta en marcha el número de partículas disminuye.

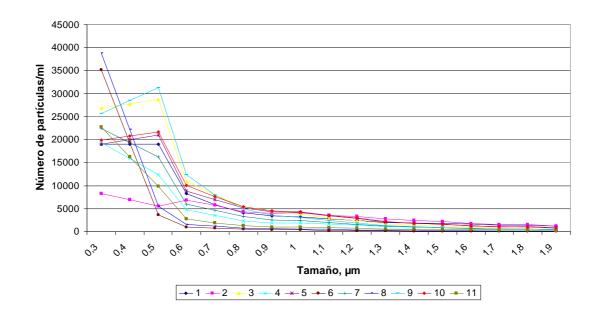


Figura 82. Análisis de tamaño y distribución de partículas del efluente durante el experimento 2.

5.7.1.10. Determinación de coliformes fecales, coliformes totales y heterótrofos en el Experimento 2 (TRH 18h, MLSS 4.559 mg/L)

Con el fin de estudiar la capacidad del sistema para eliminar microorganismos patógenos, se realizó un recuento semanal del indicador de contaminación fecal de coliformes totales y fecales (en forma de *Escherichia coli*) haciéndolo coincidir con el análisis de tamaño y distribución de partículas. Este parámetro de contaminación microbiológica es el fijado por la normativa de las aguas regeneradas.

Durante el período del experimento se estudiaron tres puntos de muestreo: la entrada de la planta piloto, el biorreactor y la salida, para así poder estudiar la capacidad del sistema para eliminar microorganismos patógenos.

La Figura 83 muestra el recuento de *E. Coli* en forma de coliformes fecales del segundo experimento donde el recuento tanto en el reactor biológico como en el influente es muy similar, sin mostrar cambios significativos durante todo el experimento. El recuento se expresa en unidades del logaritmo de unidades formadoras de colonias por mililitro para hacerlas directamente comparables. Las unidades de unidades formadoras de colonias del efluente se expresaron en unidades formadoras de colonia por cada 100 mL para hacerlas directamente comparables con la escala propuesta por la normativa y para ver su tendencia a lo largo del experimento ya que si se expresara por mL no serían comparables haciéndose despreciable.

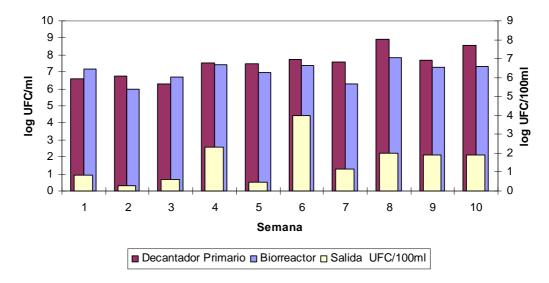


Figura 83. Coliformes fecales detectados en el influente, biorreactor de membrana y efluente durante el experimento 2.

En la Figura se observa que atendiendo a los coliformes fecales se cumple la normativa durante todo el experimento menos la sexta semana que coincide con un aumento de partículas atendiendo al análisis de tamaños y distribución de partículas coincidiendo con varias limpiezas químicas que fueron necesarias en torno al día de analítica. Durante el resto del experimento el valor se encontró por debajo del máximo permitido. A pesar del dato anómalo se mantiene la alta eficiencia de eliminación de patógenos durante todo el experimento. Con estas mediciones se comprueba que se cumple un requisito indispensable para la reutilización de aguas residuales ya que, a pesar de que según la medición hay un paso de *E. Coli*, es despreciable debido a la sensibilidad de la medida.

Para ahondar más en este requerimiento legal se realizó el recuento de coliformes totales, ya que al ser más restrictiva siempre cumplirá la normativa para *E. Coli* si se cumple para este indicador. En la Figura 84 se encuentran los coliformes fecales detectados en el influente, biorreactor de membrana y efluente.

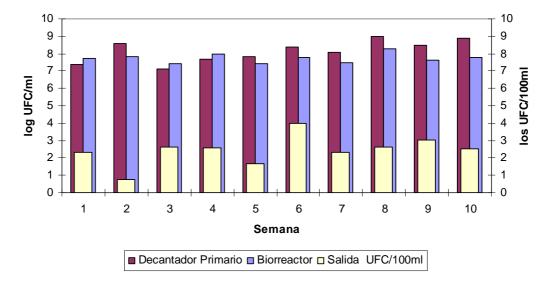


Figura 84. Coliformes totales detectados en el influente, biorreactor de membrana y efluente durante el experimento 2.

En dicha Figura se puede apreciar como se conserva la relación coliformes del influente y biorreactor, y como en algunos de los casos no cumple la normativa, pero atendiendo sólo a la *E. Coli* la cumpliría como se ha demostrado con la figura anterior.

Tal como se dijo en materiales y métodos se hizo un recuento de heterótrofos que engloban a la *E. Coli*, por lo que siempre será mayor que el recuento de coliformes fecales, y bacterias del ambiente que se alimentan de estas, luego el que se mantengan en un valor constante es un buen indicador de que no hay ningún tipo de patógeno que afecte al sistema. En la Figura 85 se pueden ver los coliformes fecales, totales y heterótrofos obtenidos en el influente donde se aprecia que los heterótrofos se mantienen constantes a lo largo del experimento a pesar de las variaciones de *E. Coli*.

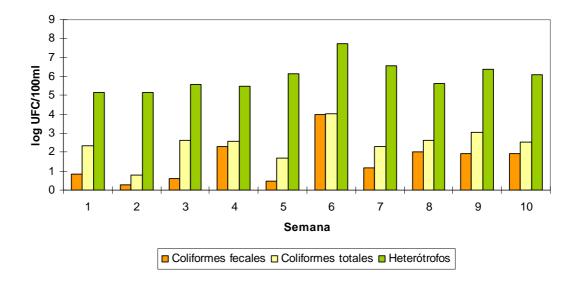


Figura 85. Coliformes fecales, totales y heterótrofos detectados en el influente durante el experimento 2.

5.7.1.11. Viscosidad en el Experimento 2 (TRH 18h, MLSS 4.559 mg/L)

La Figura 86 muestra tanto la viscosidad interpolada a temperatura de operación como la viscosidad a 20° C para poder luego relacionar dicho parámetro con los otros parámetros de operación corregidos a dicha temperatura y los sólidos en suspensión del licor mezcla para apreciar la interrelación existente entre dichos parámetros. De la Figura 86 se puede apreciar que las diferencias de viscosidad interpolada a temperatura de operación y 20° C no presentan diferencias significativas y guarda una fuerte interrelación.

Se puede concluir que sobre todo en los primeros días (estado no estacionario) la interrelación entre dichos parámetros es muy fuerte, aumentando la viscosidad conforme aumentan los sólidos en suspensión. Los últimos días se puede apreciar un aumento de sólidos en suspensión sin un aumento significativo de la viscosidad, aunque si se observa interrelación entre tendencias puntuales.

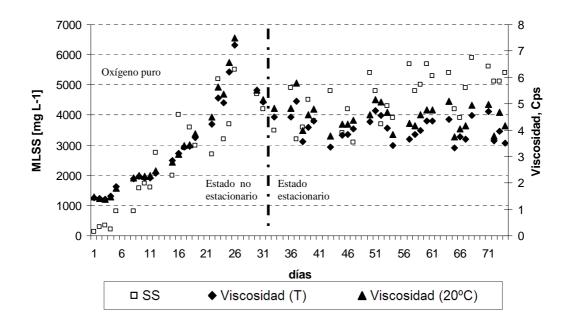


Figura 86. Evolución de la viscosidad a temperatura de operación (T) y 20° C frente a los sólidos en suspensión del licor mezcla del biorreactor de membranas (MLSS) durante el experimento 2.

5.7.1.12. Alfa-factor en el Experimento 2 (TRH 18h, MLSS 4.559 mg/L)

Para la medición se hizo la media de la concentración de oxígeno a dos alturas distintas. Se partió de una alta concentración de oxígeno en el biorreactor de membranas. La Figura 87 muestra la evolución de la concentración de oxígeno media obtenida.

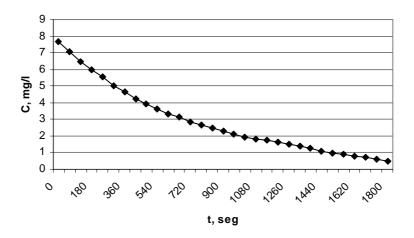


Figura 87. Evolución de la concentración media de oxígeno en el biorreactor de membranas durante el experimento para la obtención del alfa-factor en el experimento 2.

En la Figura 88 se puede apreciar el tratamiento matemático de este experimento por el que se obtuvo una K_L a corregida a 20° C de 6,16·10⁻⁴ s⁻¹. La temperatura a la que se realizó el experimento fue de 26,4° C.

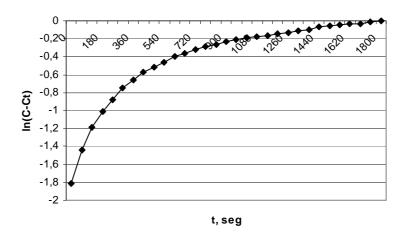


Figura 88. Tratamiento matemático para la obtención del coeficiente de transferencia de masas conducente a la obtención del alfa-factor del experimento 2.

Tal y como se describe en el Materiales y Métodos punto 1.1.10.1 el coeficiente de transferencia de masas se obtiene mediante la Ecuación 17.

$$\ln(C_S - C) = \ln(C_S - C_0) - K_L a \cdot t = cons \tan te - K_L a \cdot t$$

Donde C_s es la concentración de saturación, C_0 la concentración inicial de oxígeno disuelto (8 mg/L) y C la concentración de oxígeno disuelto en cada instante.

5.7.2. Experimento 3° con superficie de la membrana de 1,86 m², tiempo de

retención hidráulico de 18 horas y concentración de sólidos en suspensión

en el licor mezcla de 10.275 mg/L

En esta tercera fase de la investigación de fondo se trabajó con dos módulos de membrana con un total de superficie de filtración de 1,86 m² y con un caudal de filtrado de 26,7 L/h, por lo tanto se trabajó con una carga hidráulica de 14,4 L/m²h. El caudal de contralavado fue 1,5 veces superior, esto es, de 40,1 L/h; por lo tanto la carga hidráulica de contralavado fue de 21,5 L/m²h.

El caudal de aire que es necesario aportar a la membrana con una superficie de 1,86 m² es de 6,8 m³/h; este aire tiene la misión de evitar un rápido ensuciamiento de la membrana al circular tangencial a la misma; esta aireación se hace en un tanque independiente del reactor biológico donde se encuentra el difusor de oxígeno puro. Siempre se mantuvo en ambos tanques la concentración de oxígeno disuelto entre 1,5 y 2,5 mg/L.

Los ciclos de filtrado y de contralavado son de 10 minutos, de los que 9 minutos 45 segundos son de filtrado y 15 segundos de contralavado con agua ya ultrafiltrada.

Como se describe en la introducción del presente documento se puede calcular la carga hidráulica neta mediante la Ecuación 5.

Siendo la carga hidráulica neta aplicada en esta fase de operación de 13,6 L/m²h. Por lo tanto, el caudal neto considerando los ciclos de filtrado y de contralavado es de 24,8 L/h; teniendo en cuenta que el volumen de reactor biológico es de 447 L, nos queda un tiempo de retención hidráulico de 18 h.

5.7.2.1. Calibrado de caudales de las membranas en el Experimento 3 (TRH 18h, MLSS 10.275 mg/L)

Al igual que en las fases anteriores se calibraron las bombas de alimentación con el potenciómetro previamente calibrado.

Como se comentó anteriormente, los caudales que puede tratar la planta dependen de la superficie de las membranas, en modo de filtración y con dos módulos (superficie 1,86 m²) y "dependiendo siempre de la calidad de agua de entrada"; los valores típicos para la ZW-10 deben variar entre 0,20 L/min (aprox. 13 L/(m²h)) y 0,5 l/min (aprox. 32,2 L/(m²h)) para evitar trabajar en carga hidráulica crítica donde las membranas sufrirían un ensuciamiento mucho más rápido, llegando incluso a ser irreversible o hasta la rotura de las fibras de las membranas en trabajos previos se demostró que la carga hidráulica crítica estaba por debajo de 20 L/m²h (Poyatos *et al.*, 2007).

La calibración de los caudales en función de la potencia de los potenciómetros se realizó con agua potable, midiendo el volumen de filtrado por unidad de tiempo y la presión transmembrana; se obtuvieron los resultados que muestra la Tabla 15.

Tabla 15. Resultados del caudal frente a valores del potenciómetro en planta piloto de biorreactores de membrana con dos módulos de superficie total de filtración de 1,86 m² en el experimento 3.

Potencia, %	Q, L/h	P, Kpa	$J, L/(m^2 h)$
15,0	17,4	11,85	9,35
20,0	19,2	13,54	10,32
25,0	24,0	15,57	12,90
30,0	26,4	16,93	14,19
35,0	28,2	18,62	15,16
40,0	30,0	19,64	16,12

Se observa que la relación existente entre potencia y caudal es lineal, cuya ecuación es Y = 0.528x + 9.68 como se observa en la Figura 89.

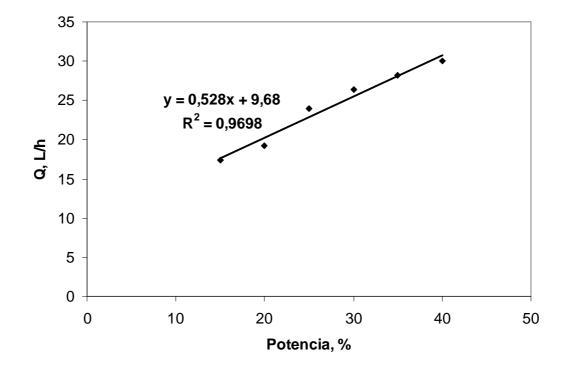


Figura 89. Caudal en L/h frente al valor del potenciómetro en % en la planta piloto de biorreactores de membrana con módulo de 1,86 m^2 en el experimento 3.

En la Figura 90 se aprecia la evolución de la presión transmembrana medida en función de la potencia marcada en la bomba y se puede observar como a mayor potencia existe una mayor presión transmembrana. En la Figura 91, se observa también cómo aumenta la presión transmembrana al incrementarse el caudal, por lo tanto existe una relación entre potencia, caudal y presión transmembrana; al aumentar la potencia de la bomba se incrementa el caudal a tratar de forma lineal y a su vez la presión transmembrana.

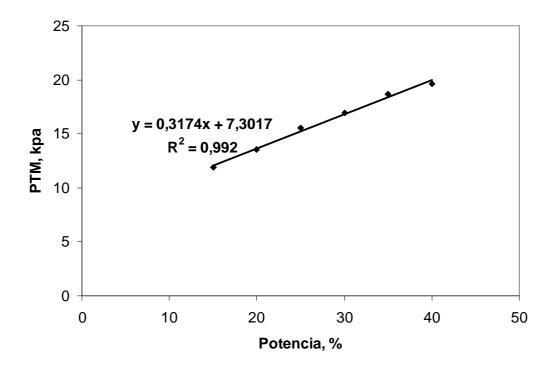


Figura 90. Presión transmembrana frente a variaciones de potencia en la planta piloto de biorreactores de membrana con módulo de 1,86 m²en el experimento 3.

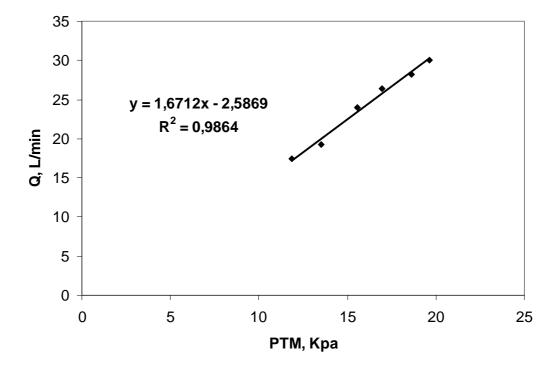


Figura 91. Presión transmembrana frente al caudal en la planta piloto de biorreactores de membrana con módulo de $1,86 \text{ m}^2$ en el experimento 3.

Siempre hay que trabajar a caudales por debajo de la presión máxima admisible indicada por el fabricante, o presión de seguridad, que en el caso de las

membranas utilizadas es de -50 Kpa, según marca el fabricante. Además, teniendo en cuenta que este ensayo se realizó con agua potable, estas condiciones son las más favorables, por lo que se tiene que trabajar con valores de potencia mucho menores para evitar un rápido ensuciamiento de la membrana o una rotura de la misma. Se realizó una comprobación semanal de la relación de caudal suministrado y potencia de la bomba para evitar oscilaciones en los caudales debido a la variabilidad que pudiera ocasionarse en los potenciómetros.

El caudal de filtrado marcado en esta fase de la investigación es de 26,7 L/h, por lo tanto la potencia que se le debe de aplicar a la bomba de filtrado es del 32 %, fijándose una potencia de 1,5 veces superior para el contralavado, ésta queda en el 34,5 %.

5.7.2.2. Evolución de MLSS y MLSSV en el reactor biológico en el Experimento 3 (TRH 18h, MLSS 10.275 mg/L)

En esta tercera fase se pretendía estudiar como influye la concentración de MLSS en el biorreactor de membrana a los rendimientos de eliminación de materia orgánica y aireación, queriéndose trabajar a concentraciones de MLSS en torno a 10.000 mg/L.

En la Figura 92 se aprecia la evolución de los sólidos en suspensión en el licor mezcla y los sólidos en suspensión volátiles del biorreactor en el tercer experimento realizado. Se trabajó con acumulación de sólidos en suspensión y se realizaron purgas para conseguir estabilizar la planta en distintas concentraciones de MLSS y así analizar los distintos parámetros investigados.

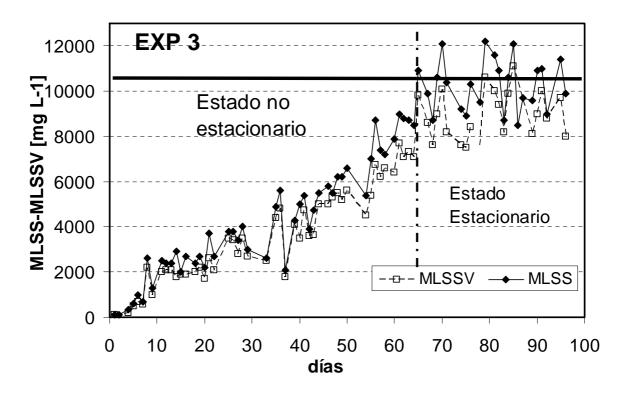


Figura 92. Evolución MLSS y MLSSV del experimento 3 en el BRM.

La concentración de MLSS y MLSSV en el sistema se ven incrementados desde el primer día, hasta una vez alcanzados los MLSS próximos a 10.000 mg/L, entonces se aplica un balance de masas al sistema para obtener el caudal de purga necesario para mantener los MLSS constantes entorno a la concentración deseada, en este caso es de 5,29 L/día. Este caudal de purga se aplicó a partir del día 62 de experimentación. Se obtuvo una concentración de MLSS media en el sistema de 10.275 mg/L.

La separación antes de aplicarse la purga se le denomina estado no estacionario, después de aplicar la purga se alcanza el estado estacionario de operación el día 64. Durante el estado estacionario los MLSSV fueron el 85,3% de los totales.

5.7.2.3. Evolución de las temperaturas en el Experimento 3 (TRH 18h, MLSS 10.275 mg/L)

Como se ha comentado anteriormente la investigación se realizó en condiciones ambientales reales, por ello se observa en el tercer experimento que también existe variabilidad en la temperatura. En esta fase se observa como las temperaturas oscilan entre 25 y 6° C durante la fase de investigación, y se mantienen durante la fase de estado estacionario en torno a los 15° C (Figura 93). Este descenso de temperatura es típico de la época que se realizó la investigación de septiembre a diciembre. Esta alta variabilidad es propia de la época en la que se realizó la investigación entre septiembre y diciembre. La media de temperatura fue de 12,6° C.

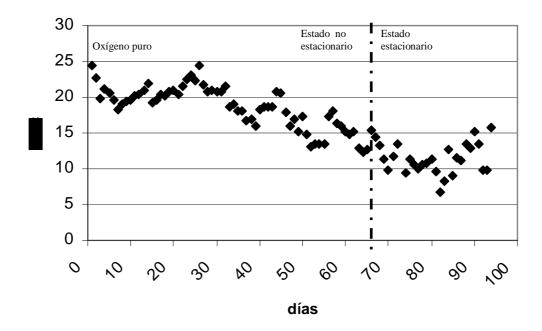


Figura 93. Evolución de la temperatura en el interior del reactor biológico en el BRM en el experimento 3.

5.7.2.4. Presiones de funcionamiento en el Experimento 3 (TRH 18h, MLSS 10.275 mg/L)

En este apartado se verá la presión transmembrana existente en la tercera fase de experimentación.

En la Figura 94 se observa la evolución de la presión transmembrana a lo largo del experimento. Se pueden apreciar los cambios de presión los días en los que se realizó la limpieza química con HClO.

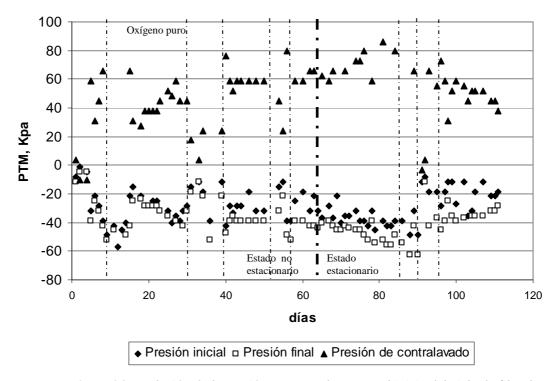


Figura 94. Evolución de la presión transmembrana en el inicio del ciclo de filtrado, final del ciclo de filtrado y en el ciclo de contralavado en el experimento 3 (línea punteada: limpieza química).

Durante la tercer fase de investigación se observan grandes presiones alcanzadas y grandes diferencias entre la presión inicial y la presión final, se hizo necesario varias limpiezas químicas los días 15, 31, 39, 53, 58, 89, 90 y 97 tanto de HClO como de ácido cítrico sin obtenerse resultados de recuperación, por lo que se hizo necesario cambiar las membranas una vez terminado este experimento, además se tomó la decisión de instalar un tercer módulo de membranas para hacer frente a la

carga hidráulica que previsiblemente aumentará en la siguiente fase de experimentación al modificar el tiempo de retención hidráulico.

5.7.2.5. Permeabilidad de las membranas y recuperación de permeabilidad por contralavado en el Experimento 3 (TRH 18h, MLSS 10.275 mg/L)

A continuación se exponen los resultados obtenidos de permeabilidad antes y después de realizarse el contralavado de las membranas durante el tercer experimento.

El concepto de permeabilidad (K) se define como la cantidad de caudal que puede filtrar la membrana por superficie y por presión (Ecuación 10).

En la Figura 95 están representadas las permeabilidades iniciales al contralavado y finales, apreciándose claramente que la permeabilidad inicial y final desciende al principio del experimento, aumentando ligeramente al final. En este experimento se puede apreciar las bajas permeabilidades obtenidas en comparación con los ciclos anteriores.

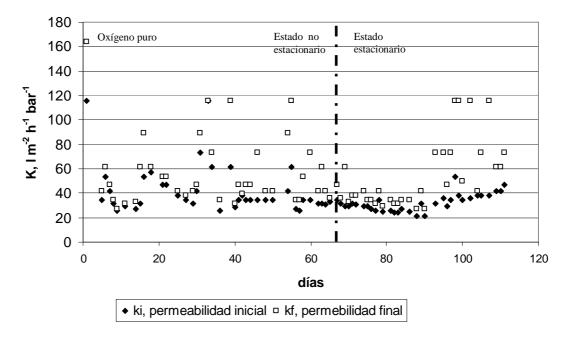


Figura 95. Permeabilidad inicial o anterior a contralavado y permeabilidad final o posterior al contralavado del experimento 3.

A continuación se calcula la recuperación de la membrana debida a las limpiezas químicas y contralavado, es decir, la permeabilidad que es capaz de recuperar la membrana tras el contralavado. En la Figura 96 están representados los porcentajes de recuperación de permeabilidad en contralavado.

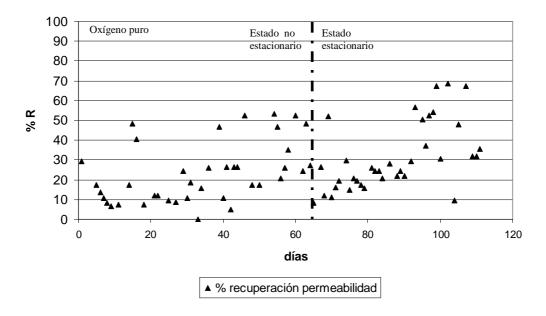


Figura 96. Porcentaje de recuperación de permeabilidad de las membranas debido al contralavado del experimento 3.

En dicha figura se aprecia claramente que dicho porcentaje de recuperación aumenta con el tiempo pero se encuentra en valores pequeños salvo al final de experimento, esto pudo ser debido a una limpieza intensiva de la membrana en su interior debido a rotura. Por ello se tomó la decisión de un cambio de membranas junto con que las presiones de recuperación eran próximas a las máximas marcadas por el fabricante.

5.7.2.6. Evolución de la DBO₅ y DQO en el Experimento 3 (TRH 18h, MLSS 10.275 mg/L)

En este apartado se muestran los valores de DBO₅ y DQO, tanto del efluente (agua residual) procedente de la salida del decantador primario de la planta de aguas residuales que constituye el influente del biorreactor de membranas, como el efluente del biorreactor de membranas.

En la Figura 97 se muestran los valores de DBO₅ y DQO del influente al biorreactor de membranas del tercer experimento. Los valores se mantuvieron estables a lo largo del tiempo y muy parecidos a los de los experimentos anteriores. Sólo sufrió algunas variaciones significativas los días 30, 80 y 90 donde la carga del influente se vio fuertemente incrementada. Estas variaciones se debieron a que se trabajó con agua residual como influente en condiciones reales.

La Figura 98 muestra los valores de salida del biorreactor de membranas, es decir del agua permeada a través de la membrana. Los valores obtenidos muestran un efluente de alta calidad desde el principio del experimento, hecho bastante significativo ya que hubo que realizarse varias limpiezas químicas a las membranas durante este experimento y la calidad de efluente se vieron afectadas significativamente. En todo momento se mantuvo la alta eficiencia de eliminación de materia orgánica estando los valores de DBO₅ por debajo de 25 mg/L y los de DQO por debajo de 125 mg/L cumpliendo la legislación para el vertido de aguas residuales urbanas.

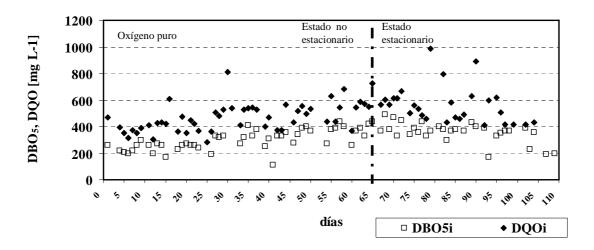


Figura 97. Evolución de DQO y DBO_5 del influente del biorreactor de membranas en el experimento 3.

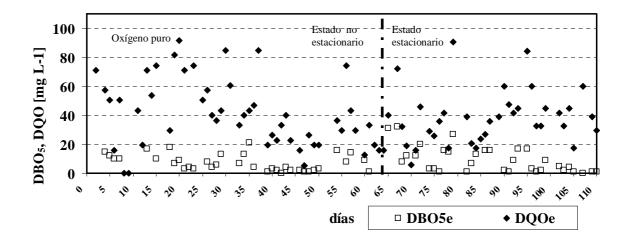


Figura 98. Evolución de DQO y DBO_5 del efluente del biorreactor de membranas en el experimento 3.

5.7.2.7. Evolución de pH y conductividad en el Experimento 3 (TRH 18h, MLSS 10.275 mg/L)

Se analizó el pH y la conductividad tanto en el influente, en el biorreactor de membranas, como en el efluente a lo largo de todo el experimento.

La Figura 99 muestra la evolución del pH del influente y del efluente del reactor biológico del tercer experimento mostrando variaciones significativas entre el día 37 y 50 acercándose a la neutralidad en el periodo final del experimento.

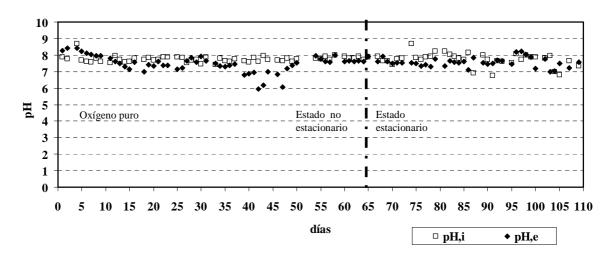


Figura 99. Evolución del pH del influente y del efluente en el experimento 3.

La Figura 100 muestra la evolución de la conductividad del influente y del del reactor biológico mostrando variaciones significativas. Sus valores disminuyeron coincidiendo con el periodo de puesta en marcha y después la conductividad presentó variaciones al final del periodo del experimento.

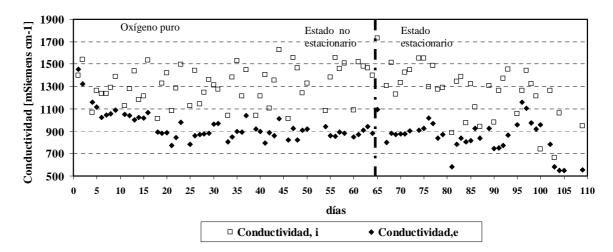


Figura 100. Evolución de la conductividad del influente y del efluente en el experimento 3.

La Figura 101 muestra el pH y conductividad del licor mezcla del biorreactor de membranas, se observa una disminución en la conductividad en los últimos días coincidentes con la disminución de conductividad observada en el influente y efluente. El pH se mantiene en torno a la neutralidad durante todo el periodo del experimento, hecho bastante significativo que deja constancia de la alta estabilidad del sistema ante variaciones de la carga.

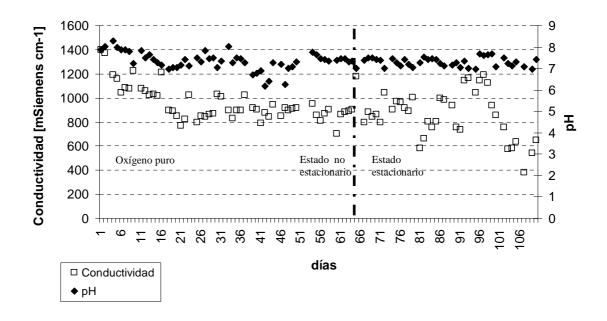


Figura 101. Evolución del pH y conductividad del licor mezcla del biorreactor de membranas en el experimento 3.

5.7.2.8. Evolución de nitrito, nitrato y amonio en el Experimento 3 (TRH 18h, MLSS 10.275 mg/L)

En este apartado se expondrán los datos obtenidos de evolución de compuestos nitrogenados que han tenido lugar durante el tercer experimento. En las siguientes figuras la concentración de nitrógeno está expresada como miligramos de nitrógeno total por litro para hacerlos directamente comparables. En la Figura 102 se muestran la evolución de los compuestos nitrogenados en la entrada del biorreactor de membranas o influente, siendo claramente el mayor aporte de nitrógeno en forma amoniacal, por el estado reducido del agua residual de entrada. En la Tabla 16 están recogidas las concentraciones de nitrito, nitrato y amonio medias y la desviación típica.

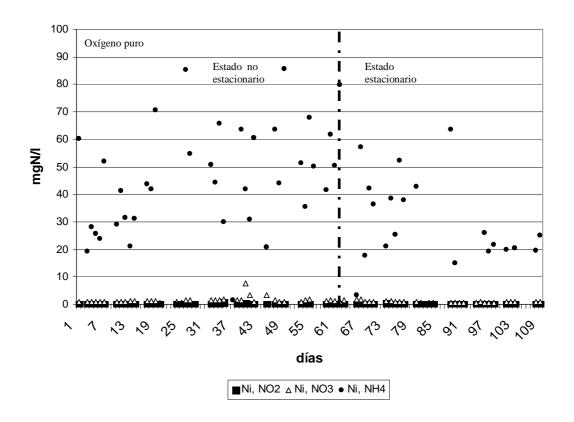


Figura 102. Evolución de los compuestos nitrogenados en forma de amonio, nitritos y nitratos a la entrada del biorreactor de membranas o influente durante el experimento 3.

Tabla 16. Concentración media de amonio, nitrito y nitrato en el influente en el experimento 3.

NH ₄ , mgNt/L	NO ₂ , mgNt/L	NO ₃ , mgNt/L
35,10	0,04	1,24

En la Figura 103 se muestra la evolución de los compuestos nitrogenados a la salida del biorreactor de membranas y se aprecia claramente una nitrificación, siendo los primeros días la salida en forma amoniacal. Después de 13 días de operación empieza claramente la nitrificación en fase I, siendo el mayoritario el nitrógeno en forma de nitrito, después aumentan los nitratos claramente, indicando la correcta nitrificación completa que tiene lugar en el sistema.

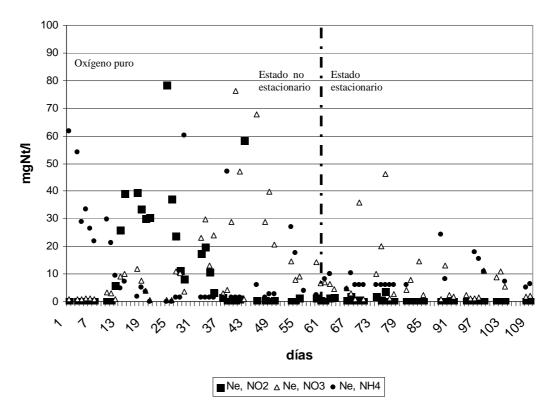


Figura 103. Evolución de los compuestos nitrogenados en forma de amonio, nitritos y nitratos a la salida del biorreactor de membranas o efluente durante el experimento 3.

En la Figura 104 están representados el Nitrógeno total tanto en el influente como en el efluente expresado en miligramos de nitrógeno total por litro. En dicha figura se deja clara constancia de la eliminación de nitrógeno en el sistema y el mantenimiento de correspondencia entre el nitrógeno total de entrada y de salida.

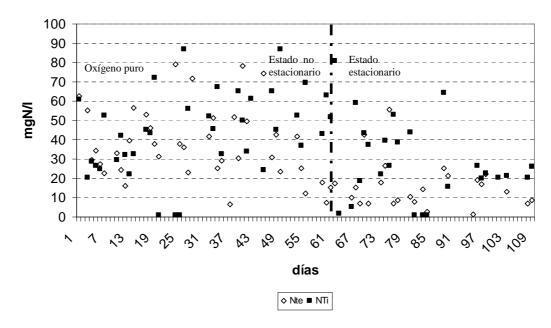


Figura 104. Evolución del total de compuestos nitrogenados en forma de amonio, nitritos y nitratos expresados como concentración de nitrógeno tanto a la salida del biorreactor de membranas o efluente, como en el influente, durante el experimento 3.

5.7.2.9. Evolución de los sólidos en suspensión en efluente e influente en el Experimento 3 (TRH 18h, MLSS 10.275 mg/L)

En este apartado se analizarán los sólidos en suspensión tanto a la entrada del biorreactor de membrana o influente y a la salida del biorreactor de membrana o efluente en el tercer experimento.

En la Figura 105 se observan los sólidos en suspensión y sólidos en suspensión volátiles del influente mostrando fluctuaciones lógicas al trabajar en condiciones reales de alimentación procedente de la planta real.

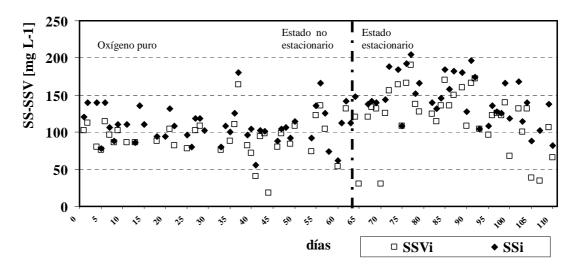


Figura 105. Evolución de los sólidos en suspensión (SS) y sólidos en suspensión volátiles (SSV) del influente de entrada del biorreactor de membranas en el experimento 3.

En la Figura 106 se observan los sólidos en suspensión y sólidos en suspensión volátiles del efluente estando siempre por debajo de 10 mg/L, dejando constancia de la alta eficiencia de filtración de las membranas a lo largo del experimento, con independencia de las fluctuaciones de sólidos en suspensión en la alimentación.

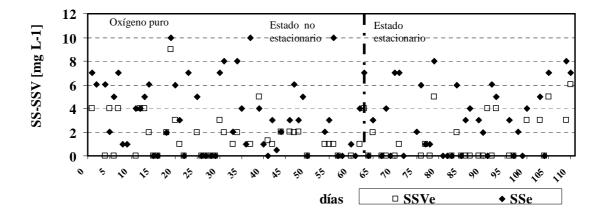


Figura 106. Evolución de los sólidos en suspensión (SS) y sólidos en suspensión volátiles (SSV) del efluente de salida del biorreactor de membranas en el experimento 3.

5.7.2.10. Análisis del tamaño y distribución de partículas en el Experimento 3 (TRH 18h, MLSS 10.275 mg/L)

En la Figura 107 se observa los análisis de tamaño y distribución de las partículas realizados semanalmente durante el tercer experimento a la salida del biorreactor de membranas o efluente. Se observa si se atiende a la escala una gran eliminación de partículas por tamaño, observándose que la mayoría de partículas a la salida están por debajo de 0,8 µm.

También se observa que conforme se aleja de la semana de puesta en marcha el número de partículas disminuye.

Mediante esta figura se deja constancia que en este experimento se dio un funcionamiento irregular de las membranas debido al gran número de limpiezas químicas que se hicieron necesarias.

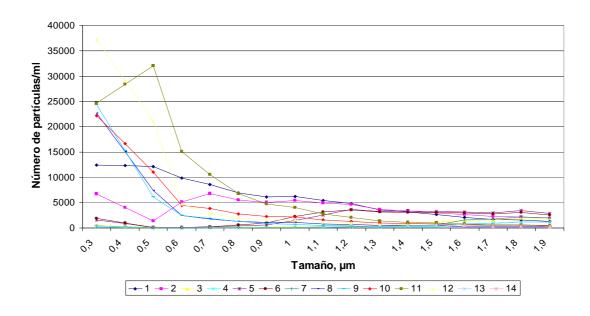


Figura 107. Análisis de tamaño y distribución de partículas del efluente durante el experimento 3

5.7.2.11. Determinación de coliformes fecales, coliformes totales y heterótrofos en el Experimento 3 (TRH 18h, MLSS 10.275 mg/L)

Con el fin de estudiar la capacidad del sistema para eliminar microorganismos patógenos, se realizó un recuento semanal del indicador de contaminación fecal de coliformes totales y fecales (en forma de *Escherichia coli*) haciéndolo coincidir con el análisis de tamaño y distribución de partículas. Este parámetro de contaminación microbiológica es el fijado por la normativa de las aguas regeneradas.

Durante el período del experimento se estudiaron tres puntos de muestreo: la entrada de la planta piloto, el biorreactor y la salida, para así poder estudiar la capacidad del sistema para eliminar microorganismos patógenos.

La Figura 108 muestra el recuento de *E. Coli* en forma de coliformes fecales del tercer experimento donde el recuento tanto en el reactor biológico como en el influente es muy similar, sin mostrar cambios significativos durante todo el experimento. El recuento se expresa en unidades del logaritmo de unidades formadoras de colonias por mililitro para hacerlas directamente comparables. Las unidades formadoras de colonias del efluente se expresaron en unidades formadoras de colonia por cada 100 mL para hacerlas directamente comparables con la escala propuesta por la normativa y para ver su tendencia a lo largo del experimento ya que si se expresara por mL no serían comparables haciéndose despreciable.

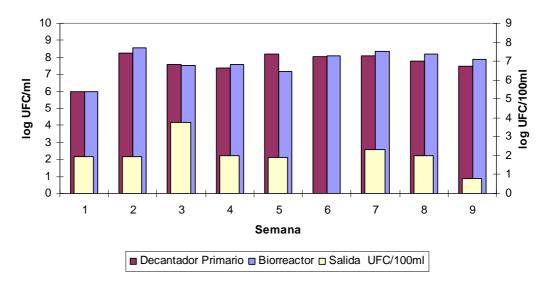


Figura 108. Coliformes fecales detectados en el influente, biorreactor de membrana y efluente durante el experimento 3.

En la Figura se observa que durante este ciclo hubo una alta concentración de *E. Coli* posiblemente derivados de la multitud de limpiezas químicas que tuvieron que llevarse a cabo durante esta fase experimental, aunque la eliminación siguió siendo de alta eficacia.

Para ahondar más en este requerimiento legal se realizó el recuento de coliformes totales, ya que al ser más restrictiva siempre cumplirá la normativa para *E. Coli* si se cumple para este indicador. En la Figura 109 se encuentran los coliformes fecales detectados en el influente, biorreactor de membrana y efluente.

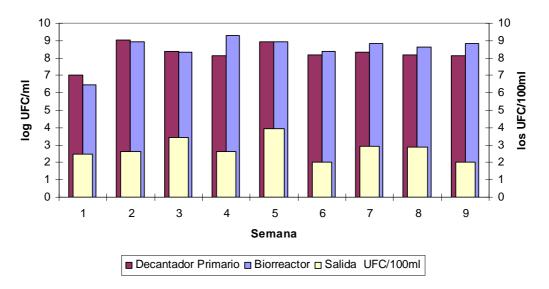


Figura 109. Coliformes totales detectados en el influente, biorreactor de membrana y efluente durante el experimento 3.

En dicha Figura se puede apreciar como se conserva la relación coliformes del influente y biorreactor, y como la concentración de coliformes siguió siendo alta, aunque siguió conservándose una alta eficiencia de eliminación de patógenos.

Tal como se dijo en materiales y métodos se hizo un recuento de heterótrofos que engloban a la *E. Coli*, por lo que siempre será mayor que el recuento de coliformes fecales, y bacterias del ambiente que se alimentan de estas, luego el que se mantengan en un valor constante es un buen indicador de que no hay ningún tipo de patógeno que afecte al sistema. En la Figura 110 se pueden ver los coliformes fecales, totales y heterótrofos obtenidos en el influente donde se aprecia que los heterótrofos se mantienen constantes a lo largo del experimento a pesar de las variaciones de *E. Coli*, salvo en las últimas semanas de experimentación debido al comportamiento anómalo de las membranas.

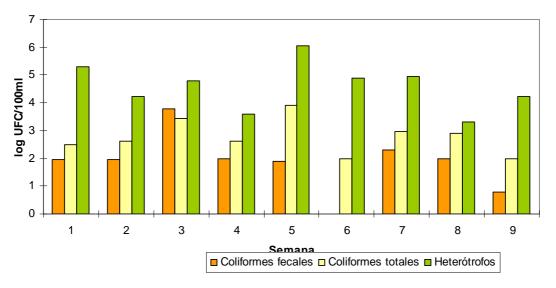


Figura 110. Coliformes fecales, totales y heterótrofos detectados en el influente durante el experimento 3.

5.7.2.12. Viscosidad en el Experimento 3 (TRH 18h, MLSS 10.275 mg/L)

La Figura 111 muestra tanto la viscosidad interpolada a temperatura de operación como la viscosidad a 20° C para poder luego relacionar dicho parámetro con los otros parámetros de operación corregidos a dicha temperatura y los sólidos en suspensión del licor mezcla para apreciar la interrelación existente entre dichos parámetros. De la Figura 111 se puede apreciar que las diferencias de viscosidad interpolada a temperatura de operación y 20° C no presentan diferencias significativas y guarda una fuerte interrelación.

Se puede concluir que sobre todo en los primeros días (estado no estacionario) la interrelación entre dichos parámetros si es bastante fuerte, incluso en estado estacionario. Se observa por ejemplo que bajadas de sólidos en suspensión en el licor mezcla como en el día 51 por labores de mantenimiento repercute significativamente en la viscosidad, y que a elevados valores de sólidos en suspensión en el licor mezcla se mantienen también elevados valores de viscosidad.

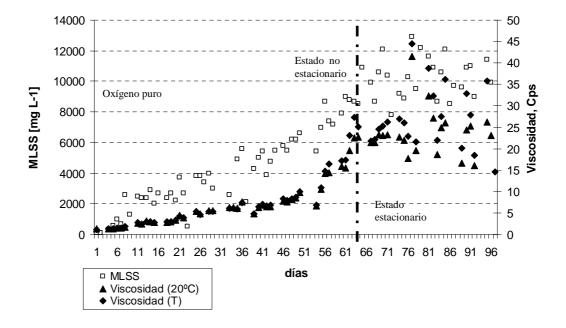


Figura 111. Evolución de la viscosidad a temperatura de operación (T) y 20° C frente a los sólidos en suspensión del licor mezcla del biorreactor de membranas (MLSS) durante el experimento 3.

5.7.2.13. Alfa-factor en el Experimento 3 (TRH 18h, MLSS 10.275 mg/L)

Para la medición se hizo la media de la concentración de oxígeno a dos alturas distintas. Se partió de una alta concentración de oxígeno en el biorreactor de membranas. La Figura 112 muestra la evolución de la concentración de oxígeno media obtenida.

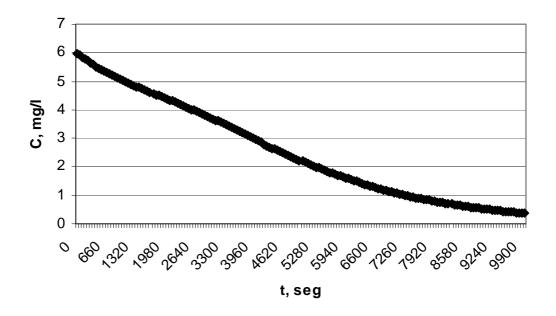


Figura 112. Evolución de la concentración media de oxígeno en el biorreactor de membranas durante el experimento para la obtención del alfa-factor en el experimento 3.

En la Figura 113 se puede apreciar el tratamiento matemático de este experimento por el que se obtuvo una K_L a corregida a 20° C de 1,231·10⁻⁴ s⁻¹. La temperatura a la que se realizó el experimento fue de 10° C.

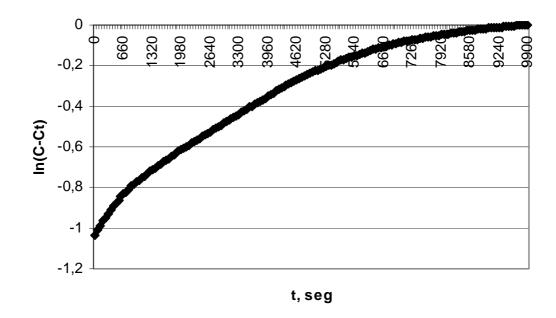


Figura 113. Tratamiento matemático para la obtención del coeficiente de transferencia de masas conducente a la obtención del alfa-factor del experimento 3.

Tal y como se describe en el Materiales y Métodos punto 1.1.10.1 el coeficiente de transferencia de masas se obtiene mediante la Ecuación 17.

$$\ln(C_S - C) = \ln(C_S - C_0) - K_L a \cdot t = cons \tan te - K_L a \cdot t$$

Donde C_s es la concentración de saturación, C_0 la concentración inicial de oxígeno disuelto (8 mg/L) y C la concentración de oxígeno disuelto en cada instante.

5.7.3. Experimento 4º con superficie de la membrana de 2,79 m², tiempo de retención hidráulico de 12 horas y concentración de sólidos en suspensión en el licor mezcla de 4.017 mg/L

En esta cuarta fase de la investigación de fondo se trabajó con tres módulos de membrana con un total de superficie de filtración de 2,79 m² y con un caudal de filtrado de 40,1 L/h, por lo tanto se trabajó con una carga hidráulica de 14,4 L/m²h. El caudal de contralavado fue 1,5 veces superior, esto es, de 60,1 L/h; por lo tanto la carga hidráulica de contralavado fue de 21,5 L/m²h.

El caudal de aire que es necesario aportar a la membrana con una superficie de 2,79 m² es de 10,2 m³/h; este aire tiene la misión de evitar un rápido ensuciamiento de la membrana al circular tangencial a la misma; esta aireación se hace en un tanque independiente del reactor biológico donde se encuentra el difusor de oxígeno puro. Siempre se mantuvo en ambos tanques la concentración de oxígeno disuelto entre 1,5 y 2,5 mg/L.

Los ciclos de filtrado y de contralavado son de 10 minutos, de los que 9 minutos 45 segundos son de filtrado y 15 segundos de contralavado con agua ya ultrafiltrada.

Como se describe en la introducción del presente documento se puede calcular la carga hidráulica neta mediante la Ecuación 5.

Siendo la carga hidráulica neta aplicada en esta fase de operación de 13,6 L/m²h. Por lo tanto, el caudal neto considerando los ciclos de filtrado y de contralavado es de 37,2 L/h; teniendo en cuenta que el volumen de reactor biológico es de 447 L, nos queda un tiempo de retención hidráulico de 12 h.

5.7.3.1. Calibrado de caudales de las membranas en el Experimento 4 (TRH 12h, MLSS 4.017 mg/L)

Al igual que en las fases anteriores se calibraron las bombas de alimentación con el potenciómetro previamente calibrado.

Como se comentó anteriormente, los caudales que puede tratar la planta dependen de la superficie de las membranas, en modo de filtración y con tres módulos (superficie 2,79 m²) y "dependiendo siempre de la calidad de agua de entrada"; los valores típicos para la ZW-10 deben variar entre 0,20 L/min (aprox. 13 L/(m²h)) y 0,5 L/min (aprox. 32,2 l/(m² h)) para evitar trabajar en carga hidráulica crítica donde las membranas sufrirían un ensuciamiento mucho más rápido, llegando incluso a ser irreversible o hasta la rotura de las fibras de las membranas, en trabajos previos se demostró que la carga hidráulica crítica estaba por debajo de 20 L/m²h (Poyatos *et al.*, 2007).

La calibración de los caudales en función de la potencia de los potenciómetros se realizó con agua potable, midiendo el volumen de filtrado por unidad de tiempo y la presión transmembrana; se obtuvieron los resultados que muestra la Tabla 17

Tabla 17. Resultados del caudal frente a valores del potenciómetro en planta piloto de biorreactores de membrana con tres módulos de superficie total de filtración de 2,79 m² en el experimento 4.

Potencia, %	Q, L/h	P, Kpa	$J, L/(m^2 h)$
10,0	9,6	6,77	3,44
12,5	16,2	8,46	5,80
15,0	21,6	10,15	7,74
17,5	27,6	11,17	9,89
20,0	33,0	11,85	11,82
22,5	39,6	13,54	14,19
25,0	45,6	14,56	16,34
27,5	52,2	15,23	18,70
30,0	58,8	16,93	21,07
32,5	64,8	18,62	23,22
35,0	70,8	20,31	25,37

Se observa que la relación existente entre potencia y caudal es lineal, cuya ecuación es Y= 2,4502x -15,147 como se observa en la Figura 114.

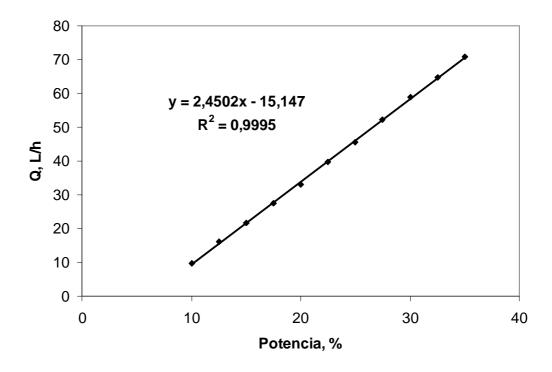


Figura 114. Caudal en L/h frente al valor del potenciómetro en % en la planta piloto de biorreactores de membrana con módulo de 2,79 m^2 en el experimento 4.

En la Figura 115 se aprecia la evolución de la presión transmembrana medida en función de la potencia marcada en la bomba y se puede observar como a mayor potencia existe una mayor presión transmembrana. En la Figura 116, se observa también cómo aumenta la presión transmembrana al incrementarse el caudal, por lo tanto existe una relación entre potencia, caudal y presión transmembrana; al aumentar la potencia de la bomba se incrementa el caudal a tratar de forma lineal y a su vez la presión transmembrana.

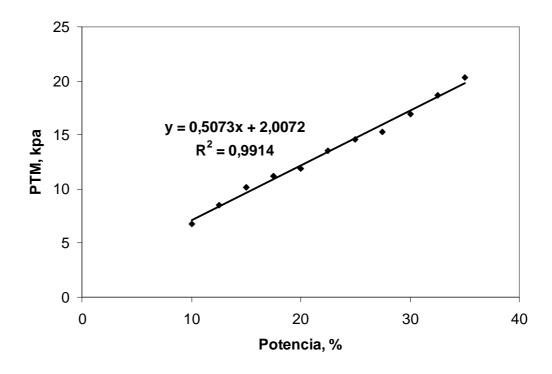


Figura 115. Presión transmembrana frente a variaciones de potencia en la planta piloto de biorreactores de membrana con módulo de 2,79 m² en el experimento 4.

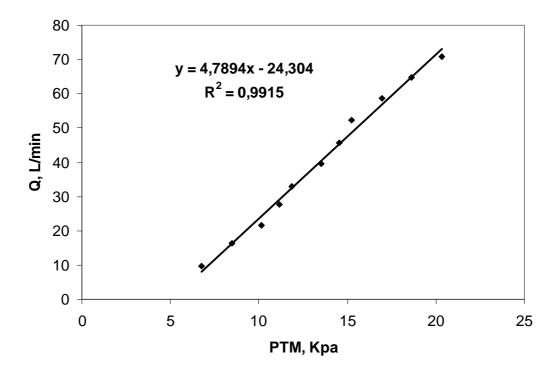


Figura 116. Presión transmembrana frente al caudal en la planta piloto de biorreactores de membrana con módulo de 2,79 m^2 en el experimento 4.

Siempre hay que trabajar a caudales por debajo de la presión máxima admisible indicada por el fabricante, o presión de seguridad, que en el caso de las membranas utilizadas es de -50 Kpa, según marca el fabricante. Además, teniendo en cuenta que este ensayo se realizó con agua potable, estas condiciones son las más favorables, por lo que se tiene que trabajar con valores de potencia mucho menores para evitar un rápido ensuciamiento de la membrana o una rotura de la misma. Se realizó una comprobación semanal de la relación de caudal suministrado y potencia de la bomba para evitar oscilaciones en los caudales debido a la variabilidad que pudiera ocasionarse en los potenciómetros.

El caudal de filtrado marcado en esta fase de la investigación es de 40,1 L/h, por lo tanto la potencia que se le debe de aplicar a la bomba de filtrado es del 22,5%, fijándose una potencia de 1,5 veces superior para el contralavado, ésta queda en el 34,0%.

5.7.3.2. Evolución de MLSS y MLSSV en el reactor biológico en el Experimento 4 (TRH 12h, MLSS 4.017 mg/L)

En esta cuarta fase se pretendía estudiar como influye la concentración de MLSS en el biorreactor de membrana trabajando a un TRH de 12 h en los rendimientos de eliminación de materia orgánica y aireación, queriéndose trabajar a concentraciones de MLSS en torno a 4.000 mg/L.

En la Figura 117 se aprecia la evolución de los sólidos en suspensión en el licor mezcla y los sólidos en suspensión volátiles del biorreactor en el cuarto experimento realizado. Se trabajó con acumulación de sólidos en suspensión y se realizaron purgas para conseguir estabilizar la planta en distintas concentraciones de MLSS y así analizar los distintos parámetros investigados.

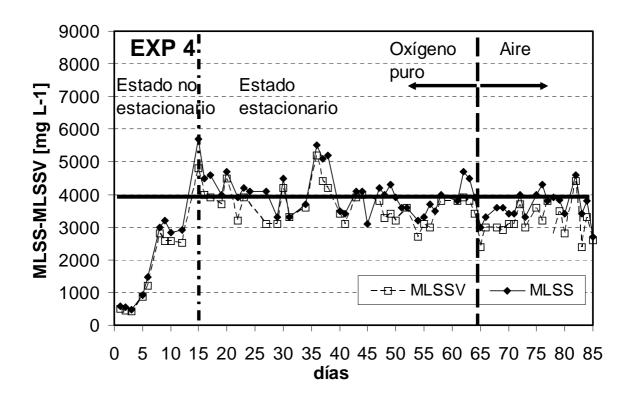


Figura 117. Evolución MLSS y MLSSV del experimento 4 en el BRM.

La concentración de MLSS y MLSSV en el sistema se ven incrementados desde el primer día, hasta una vez alcanzados los MLSS próximos a 4.000 mg/L, entonces se aplica un balance de masas al sistema para obtener el caudal de purga necesario para mantener los MLSS constantes entorno a la concentración deseada, en este caso es de 10 L/día. Este caudal de purga se aplicó a partir del día 16 de experimentación. Se obtuvo una concentración de MLSS media en el sistema de 4.017 mg/L.

La separación antes de aplicarse la purga se le denomina estado no estacionario, después de aplicar la purga se alcanza el estado estacionario de operación el día 16. Durante el estado estacionario los MLSSV fueron el 88,7% de los totales.

5.7.3.3. Evolución de las temperaturas en el Experimento 4 (TRH 12h, MLSS 4.017 mg/L)

Como se ha comentado anteriormente la investigación se realizó en condiciones ambientales reales, por ello se observa en el cuarto experimento que también existe variabilidad en la temperatura. En esta fase se observa como las temperaturas oscilan entre 8 y 25° C durante la fase de investigación, y se mantienen durante la fase de estado estacionario en torno a los 10-15° C (Figura 172). Este aumento de temperatura es típico que se del mes de septiembre a diciembre que fue el periodo en el que se realizó este experimento. La media de temperatura fue de 11,9° C.

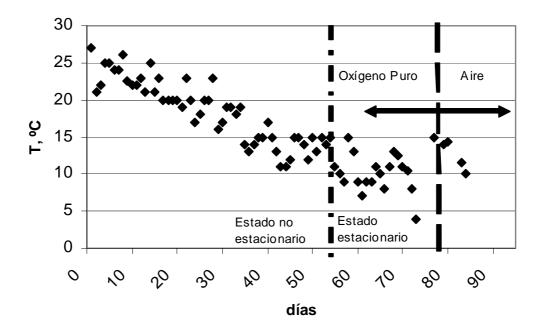


Figura 118. Evolución de la temperatura en el interior del reactor biológico en el BRM en el experimento 4.

5.7.3.4. Presiones de funcionamiento en el Experimento 4 (TRH 12h, MLSS 4.017 mg/L)

En este apartado se verá la presión transmembrana existente en la cuarta fase de experimentación.

En la Figura 119 se observa la evolución de la presión transmembrana a lo largo del experimento. Se pueden apreciar los cambios de presión los días en los que se realizó la limpieza química con HClO.

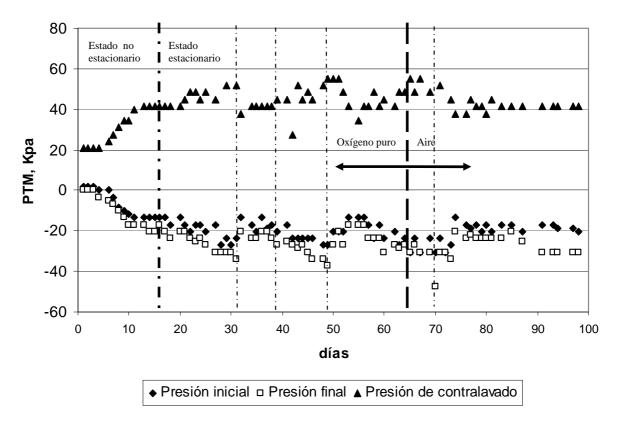


Figura 119. Evolución de la presión transmembrana en el inicio del ciclo de filtrado, final del ciclo de filtrado y en el ciclo de contralavado en el experimento 4.

Durante la cuarta fase de investigación se observa que se realizó cuatro limpiezas químicas los días 32, 39, 51 y 71, y que las subidas de las presiones se dieron bastante espaciadas en el tiempo, lo que indica que el cambio en número de membranas y cambio de membranas influyó positivamente en el funcionamiento del biorreactor de membranas.

5.7.3.5. Permeabilidad de las membranas y recuperación de permeabilidad por contralavado en el Experimento 4 (TRH 12h, MLSS 4.017 mg/L)

A continuación se exponen los resultados obtenidos de permeabilidad antes y después de realizarse el contralavado de las membranas durante el cuarto experimento.

El concepto de permeabilidad (K) se define como la cantidad de caudal que puede filtrar la membrana por superficie y por presión (Ecuación 10).

En la Figura 120 están representados las permeabilidades inicial al contralavado y finales, que la permeabilidad inicial y final desciende al principio y al final del experimento aumenta. También se puede observar que los valores de permeabilidad obtenidos son mucho mayores que los obtenidos en los tres experimentos anteriores.

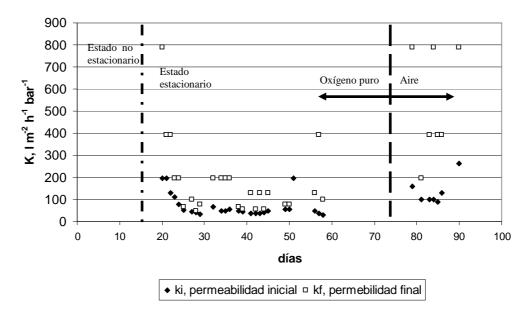


Figura 120. Permeabilidad inicial o anterior a contralavado y permeabilidad final o posterior al contralavado del experimento 4.

A continuación se calcula la recuperación de la membrana debida a las limpiezas químicas y contralavado, es decir, la permeabilidad que es capaz de recuperar la membrana tras el contralavado. En la Figura 121 están representados los porcentajes de recuperación de permeabilidad en contralavado.

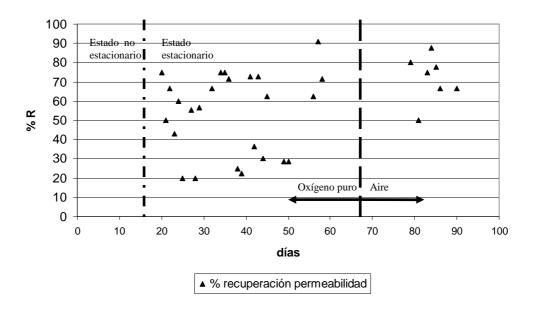


Figura 121. Porcentaje de recuperación de permeabilidad de las membranas debido al contralavado del experimento 4.

En dicha figura se aprecia claramente que dicho porcentaje de recuperación aumenta con el tiempo. También se observa que los porcentajes de recuperación son mucho más altos que los obtenidos en los tres experimentos anteriores donde se usaron las membranas antiguas.

5.7.3.6. Evolución de la DBO₅ y DQO en el Experimento 4 (TRH 12h, MLSS 4.017 mg/L)

En este apartado se muestran los valores de DBO₅ y DQO, tanto del efluente (agua residual) procedente de la salida del decantador primario de la planta de aguas residuales que constituye el influente del biorreactor de membranas, como el efluente del biorreactor de membranas.

En la Figura 122 se muestran los valores de DBO₅ y DQO del influente al biorreactor de membranas del cuarto experimento. Los valores se mantuvieron algo menos estables y menores a lo largo del tiempo que los de experimentos anteriores.

La Figura 123 muestra los valores de salida del biorreactor de membranas, es decir del agua permeada a través de la membrana. Los valores obtenidos muestran

un efluente de alta calidad a partir del cuarto día de operación. Este hecho es normal teniendo en cuenta que la DQO y DBO₅ originadas a partir de la materia particulada se elimina por la membrana al filtrar prácticamente todos los sólidos en suspensión (SS), quedando sólo la fracción soluble que se elimina mediante el proceso biológico cuando las condiciones de operación son apropiadas.

Se mantuvo una alta eficiencia de eliminación de materia orgánica estando por debajo de 25 mg/L la DBO₅ cumpliendo la legislación para el vertido de aguas residuales urbanas. Esta alta eficiencia de eliminación de materia orgánica en forma de DBO₅ y DQO se mantuvo todos los días menos entre el periodo comprendido entre los días 55 a 63 debido a las labores de limpieza de membrana intensivo que se hizo necesario para recuperar la permeabilidad de las mismas.

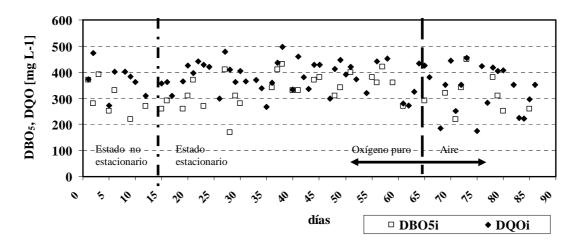


Figura 122. Evolución de DQO y DBO_5 del influente del biorreactor de membranas en el experimento 4.

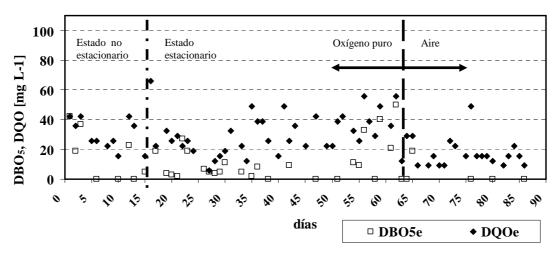


Figura 123. Evolución de DQO y DBO_5 del efluente del biorreactor de membranas en el experimento 4.

5.7.3.7. Evolución de pH y conductividad en el Experimento 4 (TRH 12h, MLSS 4.017 mg/L)

Se analizó el pH y la conductividad tanto en el influente, en el biorreactor de membranas, como en el efluente a lo largo de todo el experimento.

La Figura 124 muestra la evolución del pH del influente y del efluente del reactor biológico del cuarto experimento, no mostrando variaciones significativas el pH en el influente manteniéndose el valor por encima ligeramente de la neutralidad. Sin embargo en el efluente si se observa una tendencia a la baja conincidiendo con el estado no estacionario, después de este periodo no muestra variaciones significativas.

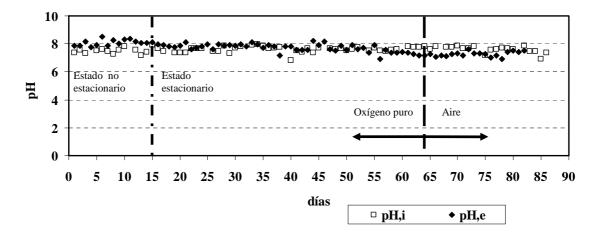


Figura 124. Evolución del pH del influente y del efluente en el experimento 4.

La Figura 125 muestra la evolución de la conductividad del influente y del efluente del reactor biológico del cuarto experimento, mostrando ambos una tendencia a la baja coincidiendo con el periodo de estado no estacionario. Después se mantiene constantes hasta el final del experimento disminuyendo a partir del día 80.

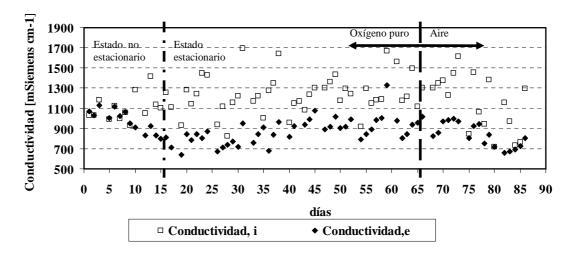


Figura 125. Evolución de la conductividad del influente y del efluente en el experimento 4.

La Figura 126 muestra el pH y conductividad del licor mezcla del biorreactor de membranas, se observa una disminución en la conductividad en los primeros días coincidente con el periodo de estado no estacionario y que disminuye al final del experimento coincidiendo con la disminución de conductividad del influente y efluente los últimos días. El pH se mantiene en torno a la neutralidad durante todo el periodo del experimento.

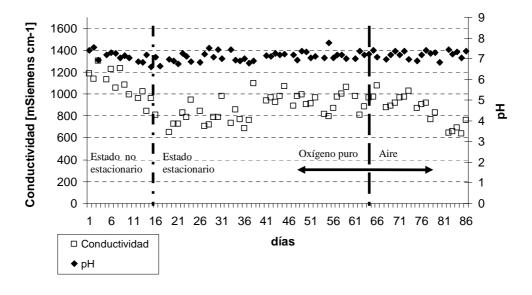


Figura 126. Evolución del pH y conductividad del licor mezcla del biorreactor de membranas en el experimento 4.

5.7.3.8. Evolución de nitrito, nitrato y amonio en el Experimento 4 (TRH 12h, MLSS 4.017 mg/L)

En este apartado se expondrán los datos obtenidos de evolución de compuestos nitrogenados que han tenido lugar durante el cuarto experimento. En las siguientes figuras la concentración de nitrógeno está expresada como miligramos de nitrógeno total por litro para hacerlos directamente comparables. En la Figura 127 se muestran la evolución de los compuestos nitrogenados en la entrada del biorreactor de membranas o influente, siendo claramente el mayor aporte de nitrógeno en forma amoniacal por el estado reducido del agua residual de entrada. En la Tabla 18 están recogidas las concentraciones de nitrito, nitrato y amonio medias y la desviación típica.

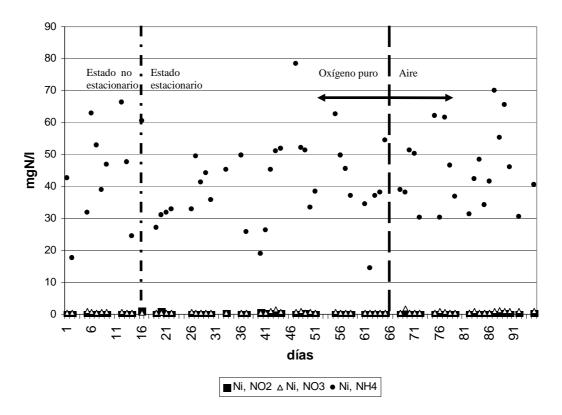


Figura 127. Evolución de los compuestos nitrogenados en forma de amonio, nitritos y nitratos a la entrada del biorreactor de membranas o influente durante el experimento 4.

Tabla 18. Concentración media de amonio, nitrito y nitrato en el influente en el experimento 4.

NH ₄ , mgNt/L	NO ₂ , mgNt/L	NO ₃ , mgNt/L
43,08	0,08	0,71

En la Figura 128 se muestra la evolución de los compuestos nitrogenados a la salida del biorreactor de membranas y se aprecia claramente una nitrificación desde los primeros días al disminuir el nitrógeno en forma amoniacal y el día 8 aumentar el nitrógeno en forma de nitrato. Pero no será hasta los últimos días, a partir del 86 cuando inhiben la nitrificación total y aparecen nitritos, posiblemente, como consecuencia de las bajas temperaturas en el reactor biológico.

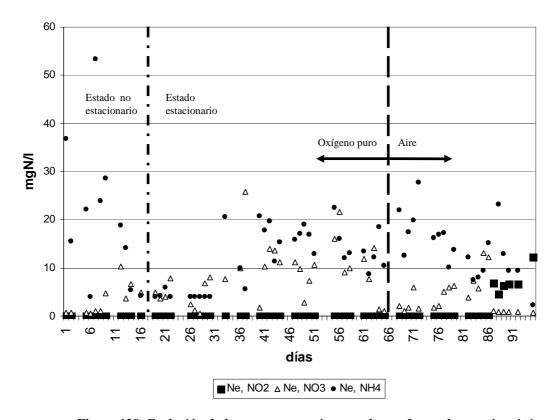


Figura 128. Evolución de los compuestos nitrogenados en forma de amonio, nitritos y nitratos a la salida del biorreactor de membranas o efluente durante el experimento 4.

En la Figura 129 están representados los nitrógenos totales tanto en el influente como en el efluente expresados en miligramos de nitrógeno total por litro, se deja clara constancia de la eliminación de nitrógeno en el sistema y el mantenimiento de correspondencia entre el nitrógeno total de entrada y de salida.

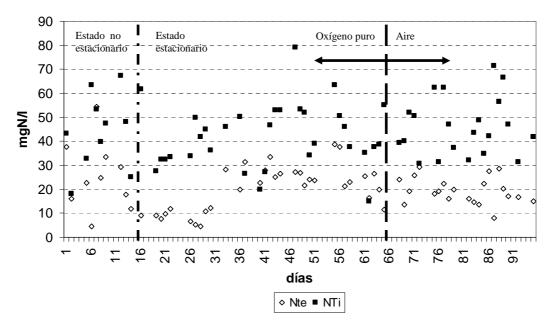


Figura 129. Evolución del total de compuestos nitrogenados en forma de amonio, nitritos y nitratos expresados como concentración de nitrógeno tanto a la salida del biorreactor de membranas o efluente, como en el influente, durante el experimento 4.

5.7.3.9. Evolución de los sólidos en suspensión en efluente e influente en el Experimento 4 (TRH 12h, MLSS 4.017 mg/L)

En este apartado se analizarán los sólidos en suspensión tanto a la entrada del biorreactor de membrana o influente y a la salida del biorreactor de membrana o efluente en el cuarto experimento.

En la Figura 130 se observan los sólidos en suspensión y sólidos en suspensión volátiles del influente mostrando fluctuaciones lógicas al trabajar en condiciones reales de alimentación procedente de la planta real.

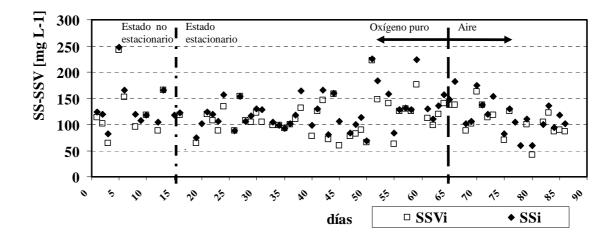


Figura 130. Evolución de los sólidos en suspensión (SS) y sólidos en suspensión volátiles (SSV) del influente de entrada del biorreactor de membranas en el experimento 4.

En la Figura 131 se observan los sólidos en suspensión y sólidos en suspensión volátiles del efluente estando siempre por debajo de 10 mg/L, dejando constancia de la alta eficiencia de filtración de las membranas a lo largo del experimento, con independencia de las fluctuaciones de sólidos en suspensión en la alimentación.

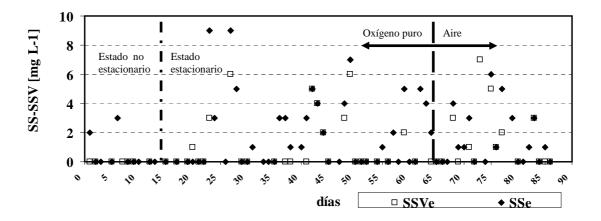


Figura 131. Evolución de los sólidos en suspensión (SS) y sólidos en suspensión volátiles (SSV) del efluente de salida del biorreactor de membranas en el experimento 4.

5.7.3.10. Análisis del tamaño y distribución de partículas en el Experimento 4 (TRH 12h, MLSS 4.017 mg/L)

En la Figura 132 se observa los análisis de tamaño y distribución de las partículas realizados semanalmente durante el cuarto experimento a la salida del biorreactor de membranas o efluente. Se observa si se atiende a la escala una gran eliminación de partículas por tamaño, observándose que la mayoría de partículas a la salida están por debajo de 0,8 µm.

También se observa que conforme se aleja de la semana de puesta en marcha el número de partículas disminuye.

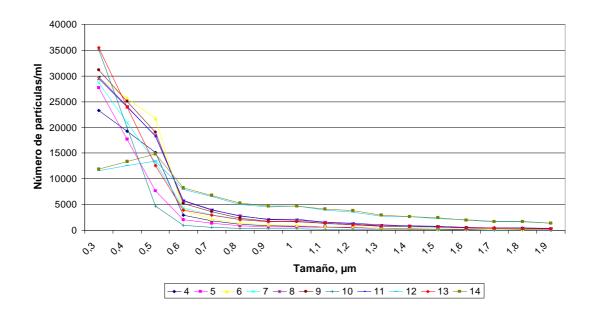


Figura 132. Análisis de tamaño y distribución de partículas del efluente durante el experimento 4.

5.7.3.11. Determinación de coliformes fecales, coliformes totales y heterótrofos en el Experimento 4 (TRH 12h, MLSS 4.017 mg/L)

Con el fin de estudiar la capacidad del sistema para eliminar microorganismos patógenos, se realizó un recuento semanal del indicador de contaminación fecal de coliformes totales y fecales (en forma de *Escherichia coli*)

haciéndolo coincidir con el análisis de tamaño y distribución de partículas. Este parámetro de contaminación microbiológica es el fijado por la normativa de las aguas regeneradas.

Durante el período del experimento se estudiaron tres puntos de muestreo: la entrada de la planta piloto, el biorreactor y la salida, para así poder estudiar la capacidad del sistema para eliminar microorganismos patógenos.

La Figura 133 muestra el recuento de *E. Coli* en forma de coliformes fecales del cuarto experimento donde el recuento tanto en el reactor biológico como en el influente es muy similar, sin mostrar cambios significativos durante todo el experimento. El recuento se expresa en unidades del logaritmo de unidades formadoras de colonias por mililitro para hacerlas directamente comparables. Las unidades formadoras de colonias del efluente se expresaron en unidades formadoras de colonia por cada 100 mL para hacerlas directamente comparables con la escala propuesta por la normativa y para ver su tendencia a lo largo del experimento ya que si se expresara por mL no serían comparables haciéndose despreciable.

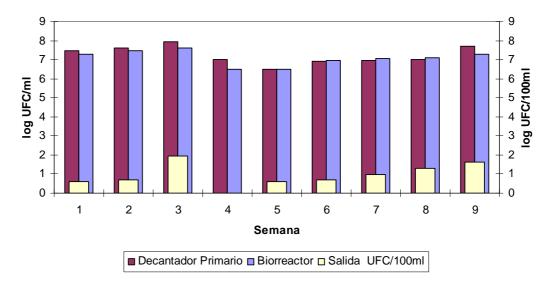


Figura 133. Coliformes fecales detectados en el influente, biorreactor de membrana y efluente durante el experimento 4.

En la Figura se observa que el número de unidades formadoras de colonia de *E. Coli* se encontraron muy por debajo del límite legal durante todo el periodo de experimentación llegándose incluso a la eliminación en un 100%. Con estas

mediciones se comprueba que se cumple un requisito indispensable para la reutilización de aguas residuales ya que, a pesar de que según la medición hay un paso de *E. Coli*, es despreciable debido a la sensibilidad de la medida.

Para ahondar más en este requerimiento legal se realizó el recuento de coliformes totales, ya que al ser más restrictiva siempre cumplirá la normativa para *E. Coli* si se cumple para este indicador. En la Figura 134 se encuentran los coliformes fecales detectados en el influente, biorreactor de membrana y efluente.

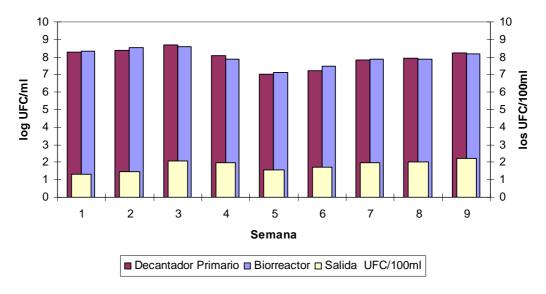


Figura 134. Coliformes totales detectados en el influente, biorreactor de membrana y efluente durante el experimento 4.

En dicha Figura se puede apreciar como se conserva la relación coliformes del influente y biorreactor, y como se cumple la normativa durante todo el periodo de investigación, hecho muy importante ya que incluso se cumple la normativa con este indicador más restrictivo cumpliendo los requerimientos legales para la reutilización de aguas residuales con un gran rendimiento de eliminación de patógenos.

Tal como se dijo en materiales y métodos se hizo un recuento de heterótrofos que engloban a la *E. Coli*, por lo que siempre será mayor que el recuento de coliformes fecales, y bacterias del ambiente que se alimentan de estas, luego el que se mantengan en un valor constante es un buen indicador de que no hay

ningún tipo de patógeno que afecte al sistema. En la Figura 135 se pueden ver los coliformes fecales, totales y heterótrofos obtenidos en el influente donde se aprecia que los heterótrofos se mantienen constantes a lo largo del experimento a pesar de las variaciones de *E. Coli*.

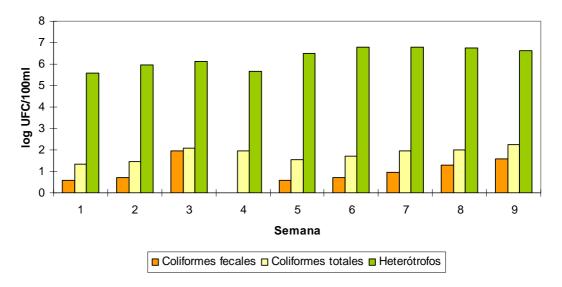


Figura 135. Coliformes fecales, totales y heterótrofos detectados en el influente durante el experimento 4.

5.7.3.12. Viscosidad en el Experimento 4 (TRH 12h, MLSS 4.017 mg/L)

La Figura 136 muestra tanto la viscosidad interpolada a temperatura de operación como la viscosidad a 20° C para poder luego relacionar dicho parámetro con los otros parámetros de operación corregidos a dicha temperatura y los sólidos en suspensión del licor mezcla para apreciar la interrelación existente entre dichos parámetros. De la Figura 136 se puede apreciar que las diferencias de viscosidad interpolada a temperatura de operación y 20° C no presentan diferencias significativas y guarda una fuerte interrelación.

Se puede concluir que, sobre todo en los primeros días (estado no estacionario), la interrelación entre dichos parámetros si es bastante fuerte, incluso en estado estacionario, donde un aumento de sólidos en suspensión como los ocurridos en torno al día 36, 65, y 76 repercute en un aumento de viscosidad

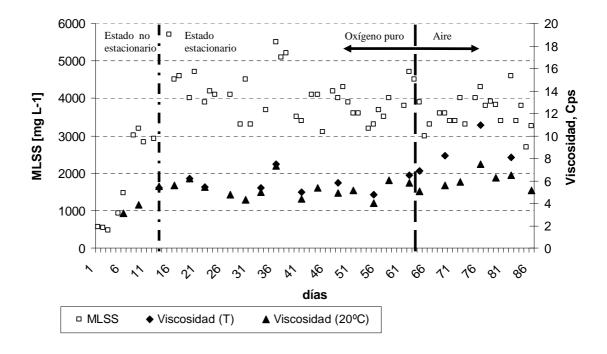


Figura 136. Evolución de la viscosidad a temperatura de operación (T) y 20° C frente a los sólidos en suspensión del licor mezcla del biorreactor de membranas (MLSS) durante el experimento 3.

5.7.3.13. Constantes cinéticas en el Experimento 4 (TRH 12h, MLSS 4.017 mg/L)

En el presente apartado se pretende plasmar los valores de los coeficientes cinéticos tanto para la puesta en marcha como para el estado estacionario. Para ello se hizo un experimento respirométrico semanalmente durante la puesta en marcha, y otro justamente al finalizar el periodo de alimentación con oxígeno puro y con aire.

En las siguientes tablas los valores aparecen en orden creciente de sólidos en suspensión en el licor mezcla, por lo que sus valores aparecen también. Los valores para la puesta en marcha y final de alimentación con oxígeno puro se muestran en la Tabla 19. En la Tabla 20 aparecen los valores de oxígeno puro y aire justo al final del estado estacionario en el que se usó uno y otro para suministrar las condiciones óxicas al sistema En la Tabla 19 se observa como todos los parámetros cinéticos y la Y disminuyen conforme aumenta la concentración de MLSS en el reactor biológico. En la Tabla 20 se observa que cuando se cambia de oxígeno puro a aire para suministrar las condiciones óxicas al reactor biológico tanto la constante

de Monod como la k_{d} disminuyen notablemente, por el contrario la k_{H} y la Y aumentan.

Tabla 19. Sólidos en suspensión en el licor mezcla, constante de Monod (K_M) , coeficiente de lisis (k_d) , coeficiente de hidrólisis (k_H) y coeficiente de carga (Y) durante el estado no estacionario del experimento 4.

MLSS, mg/L	K _M , mg/L	k _d , día ⁻¹	k _H , día ⁻¹	Y, mgMLSS/mgDQO
2.580	297,788	0,1862	0,8004	0,709
4.100	170,603	0,1718	0,3431	0,877
4.700	128,036	0,0855	0,2936	0,567
5.500	65,107	0,1117	0,2868	0,461

Tabla 20. Sólidos en suspensión en el licor mezcla, constante de Monod (K_M) , coeficiente de lisis (k_d) , coeficiente de hidrólisis (k_H) y coeficiente de carga (Y) al final del estado estacionario suministrando oxígeno puro y aire en el experimento 4.

Gas	MLSS, mg/L	K _M , mg/L	k _d , día ⁻¹	k _H , día ⁻¹	Y, mgMLSS/mgDQO
Oxígeno Puro	4.500	160,335	0,1559	0,1710	0,600
Aire	4.600	50,095	0,1789	0,3291	0,725

5.7.3.14. Alfa-factor en el Experimento 4 (TRH 12h, MLSS 4.017 mg/L)

Para la medición se hizo la media de la concentración de oxígeno a dos alturas distintas. Se partió de una alta concentración de oxígeno en el biorreactor de membranas. La Figura 137 y la Figura 138 muestran la evolución de la concentración de oxígeno media obtenida tanto para el periodo de alimentación con oxígeno puro como con aire respectivamente.

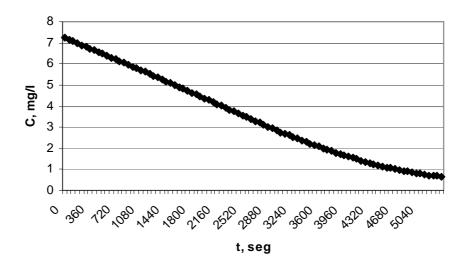


Figura 137. Evolución de la concentración media de oxígeno en el biorreactor de membranas durante el experimento para la obtención del alfa-factor en el experimento 4 usando oxígeno puro.

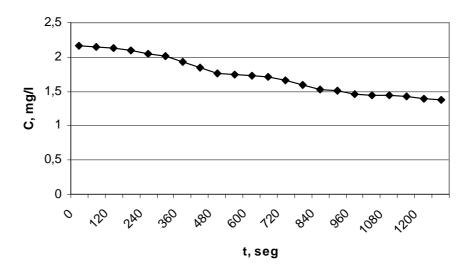


Figura 138. Evolución de la concentración media de oxígeno en el biorreactor de membranas durante el experimento para la obtención del alfa-factor en el experimento 4 usando aire.

En las Figura 139 y Figura 140 se puede apreciar el tratamiento matemático de este experimento cuando se usó oxígeno puro y aire respectivamente por el que se obtuvo una K_L a corregida a 20° C de 2,806·10⁻⁴ s⁻¹ y 1,078·10⁻⁴ s⁻¹ respectivamente. La temperatura a la que se realizaron los experimentos fueron de 18,1° C y 14,6° C respectivamente.

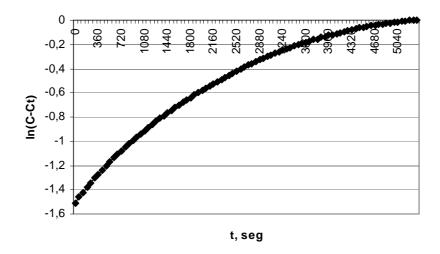


Figura 139. Tratamiento matemático para la obtención del coeficiente de transferencia de masas conducente a la obtención del alfa-factor del experimento 4 usando oxígeno puro.

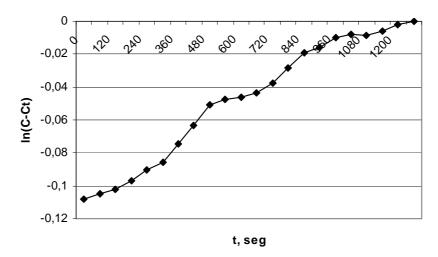


Figura 140. Tratamiento matemático para la obtención del coeficiente de transferencia de masas conducente a la obtención del alfa-factor del experimento 4 usando aire.

Tal y como se describe en el Materiales y Métodos punto 1.1.10.1 el coeficiente de transferencia de masas se obtiene mediante la Ecuación 17.

$$\ln(C_S - C) = \ln(C_S - C_0) - K_L a \cdot t = cons \tan te - K_L a \cdot t$$

Donde C_s es la concentración de saturación, C_0 la concentración inicial de oxígeno disuelto (8 mg/L) y C la concentración de oxígeno disuelto en cada instante.

5.7.4. Experimento 5° con superficie de la membrana de 2,79 m², tiempo de retención hidráulico de 12 horas y concentración de sólidos en suspensión en el licor mezcla de 7.873 mg/L

En esta quinta fase de la investigación de fondo se trabajó con tres módulos de membrana con un total de superficie de filtración de 2,79 m² y con un caudal de filtrado de 40,1 L/h, por lo tanto se trabajó con una carga hidráulica de 14,4 L/m²h. El caudal de contralavado fue 1,5 veces superior, esto es, de 60,1 L/h; por lo tanto la carga hidráulica de contralavado fue de 21,5 L/m²h.

El caudal de aire que es necesario aportar a la membrana con una superficie de 2,79 m² es de 10,2 m³/h; este aire tiene la misión de evitar un rápido ensuciamiento de la membrana al circular tangencial a la misma; esta aireación se hace en un tanque independiente del reactor biológico donde se encuentra el difusor de oxígeno puro. Siempre se mantuvo en ambos tanques la concentración de oxígeno disuelto entre 1,5 y 2,5 mg/L.

Los ciclos de filtrado y de contralavado son de 10 minutos, de los que 9 minutos 45 segundos son de filtrado y 15 segundos de contralavado con agua ya ultrafiltrada.

Como se describe en la introducción del presente documento se puede calcular la carga hidráulica neta mediante la Ecuación 5.

Siendo la carga hidráulica neta aplicada en esta fase de operación de 13,6 L/m²h. Por lo tanto, el caudal neto considerando los ciclos de filtrado y de contralavado es de 37,2 L/h; teniendo en cuenta que el volumen de reactor biológico es de 447 L, nos queda un tiempo de retención hidráulico de 12 h.

5.7.4.1. Calibrado de caudales de las membranas en el Experimento 5 (TRH 12h, MLSS 7.873 mg/L)

Al igual que en las fases anteriores se calibraron las bombas de alimentación con el potenciómetro previamente calibrado.

Como se comentó anteriormente, los caudales que puede tratar la planta dependen de la superficie de las membranas, en modo de filtración y con tres módulos (superficie 2,79 m²) y "dependiendo siempre de la calidad de agua de entrada"; los valores típicos para la ZW-10 deben variar entre 0,20 L/min (aprox. 13 L/(m²h)) y 0,5 L/min (aprox. 32,2 L/(m²h)) para evitar trabajar en carga hidráulica crítica donde las membranas sufrirían un ensuciamiento mucho más rápido, llegando incluso a ser irreversible o hasta la rotura de las fibras de las membranas en trabajos previos se demostró que la carga hidráulica crítica estaba por debajo de 20 L/m²h (Poyatos *et al.*, 2007).

La calibración de los caudales en función de la potencia de los potenciómetros se realizó con agua potable, midiendo el volumen de filtrado por unidad de tiempo y la presión transmembrana; se obtuvieron los resultados que muestra la Tabla 21.

Tabla 21. Resultados del caudal frente a valores del potenciómetro en planta piloto de biorreactores de membrana con tres módulos de superficie total de filtración de 2,79 m² en el experimento 5.

Potencia, %	Q, L/h	P, Kpa	$J, L/(m^2 h)$
10,0	8,4	0,33	3,01
12,5	15,0	1,69	5,37
15,0	20,4	1,69	7,31
17,5	30,0	3,38	10,75
20,0	33,6	3,38	12,04
22,5	39,0	5,07	13,97
25,0	43,2	5,07	15,48
27,5	54,0	5,75	19,35
30,0	59,4	6,77	21,29
32,5	66,0	7,78	23,65
35,0	72,0	8,46	25,80

Se observa que la relación existente entre potencia y caudal es lineal, cuya ecuación es Y= 2,5331x -16,904 como se observa en la Figura 141.

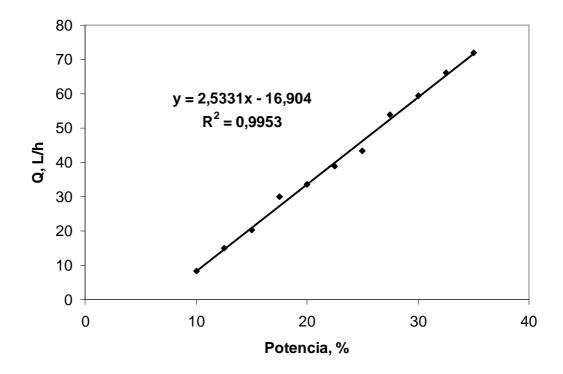


Figura 141. Caudal en L/h frente al valor del potenciómetro en % en la planta piloto de biorreactores de membrana con módulo de 2,79 m² en el experimento 5.

En la Figura 142 se aprecia la evolución de la presión transmembrana medida en función de la potencia marcada en la bomba y se puede observar como a mayor potencia existe una mayor presión transmembrana. En la Figura 143, se observa también cómo aumenta la presión transmembrana al incrementarse el caudal, por lo tanto existe una relación entre potencia, caudal y presión transmembrana; al aumentar la potencia de la bomba se incrementa el caudal a tratar de forma lineal y a su vez la presión transmembrana.

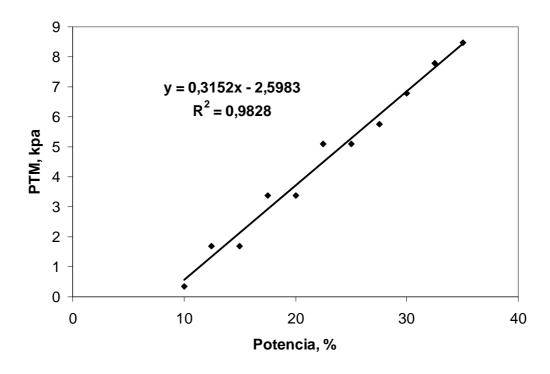


Figura 142. Presión transmembrana frente a variaciones de potencia en la planta piloto de biorreactores de membrana con módulo de 2,79 m² en el experimento 5.

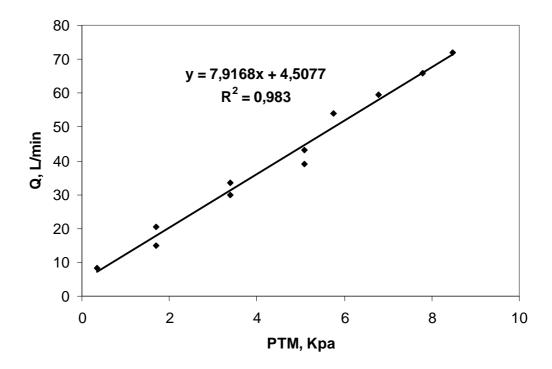


Figura 143. Presión transmembrana frente al caudal en la planta piloto de biorreactores de membrana con módulo de 2,79 m² en el experimento 5.

Siempre hay que trabajar a caudales por debajo de la presión máxima admisible indicada por el fabricante, o presión de seguridad, que en el caso de las membranas utilizadas es de -50 Kpa, según marca el fabricante. Además, teniendo en cuenta que este ensayo se realizó con agua potable, estas condiciones son las más favorables, por lo que se tiene que trabajar con valores de potencia mucho menores para evitar un rápido ensuciamiento de la membrana o una rotura de la misma. Se realizó una comprobación semanal de la relación de caudal suministrado y potencia de la bomba para evitar oscilaciones en los caudales debido a la variabilidad que pudiera ocasionarse en los potenciómetros.

El caudal de filtrado marcado en esta fase de la investigación es de 40,09 L/h, por lo tanto la potencia que se le debe de aplicar a la bomba de filtrado es del 22,5%, fijándose una potencia de 1,5 veces superior para el contralavado, ésta queda en el 34,0%.

5.7.4.2. Evolución de MLSS y MLSSV en el reactor biológico en el Experimento 5 (TRH 12h, MLSS 7.873 mg/L)

En esta quinta fase se pretendía estudiar como influye la concentración de MLSS en el biorreactor de membrana trabajando a un TRH de 12 h en los rendimientos de eliminación de materia orgánica y aireación, queriéndose trabajar a concentraciones de MLSS en torno a 7.000 mg/L.

En la Figura 144 se aprecia la evolución de los sólidos en suspensión en el licor mezcla y los sólidos en suspensión volátiles del biorreactor en el quinto experimento realizado. Se trabajó con acumulación de sólidos en suspensión y se realizaron purgas para conseguir estabilizar la planta en distintas concentraciones de MLSS y así analizar los distintos parámetros investigados.

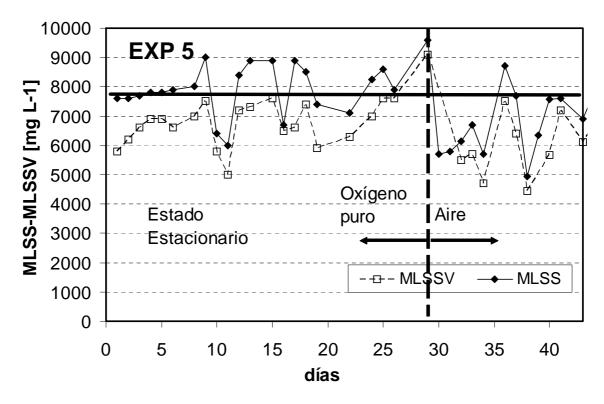


Figura 144. Evolución MLSS y MLSSV del experimento 5 en el BRM.

El Experimento 5 es una continuación en el tiempo del Experimento 6 cambiando los MLSS y el TRC siendo la purga de 10,6 L/día. Este caudal de purga se aplicó desde el primer día de experimentación. Se obtuvo una concentración de MLSS media en el sistema de 7.873 mg/L. Durante el estado estacionario los MLSSV fueron el 89,8% de los totales.

5.7.4.3. Evolución de las temperaturas en el Experimento 5 (TRH 12h, MLSS 7.873 mg/L)

Como se ha comentado anteriormente la investigación se realizó en condiciones ambientales reales, por ello se observa en el cuarto experimento que también existe variabilidad en la temperatura. En esta fase se observa como las temperaturas oscilan entre 20 y 27° C durante la fase de investigación, y se mantienen durante la fase de estado estacionario en torno a los 26° C (Figura 145). Estas altas temperaturas son típicas del mes de junio y julio, que fue cuando se llevó a cabo este experimento. La media de temperatura fue de 24,5° C.

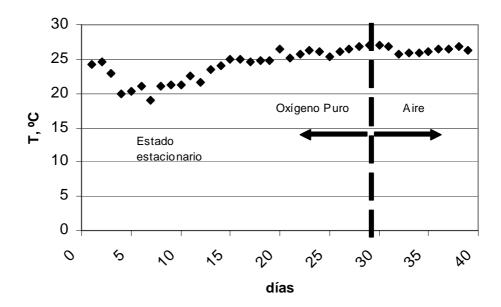


Figura 145. Evolución de la temperatura en el interior del reactor biológico en el BRM en el experimento 5.

5.7.4.4. Presiones de funcionamiento en el Experimento 5 (TRH 12h, MLSS 7.873 mg/L)

En este apartado se verá la presión transmembrana existente en la quinta fase de experimentación.

En la Figura 146 se observa la evolución de la presión transmembrana a lo largo del experimento. Se pueden apreciar los cambios de presión los días en los que se realizó la limpieza química con HClO.

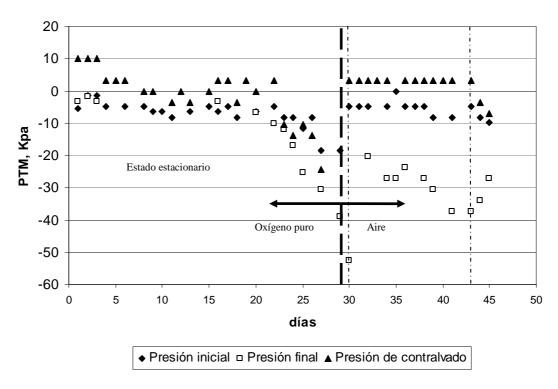


Figura 146. Evolución de la presión transmembrana en el inicio del ciclo de filtrado, final del ciclo de filtrado y en el ciclo de contralavado en el experimento 5.

Durante la quinta fase de investigación se observa que se realizó dos limpiezas químicas los días 30 y 43, y que las subidas de las presiones se dieron bastante espaciadas, manteniéndose la presión constante de contralavado a lo largo del tiempo. Después de la primera limpieza química no hubo recuperación de la presión de contralavado, pero si de la presión final, por lo que no se repitió el lavado.

5.7.4.5. Permeabilidad de las membranas y recuperación de permeabilidad por contralavado en el Experimento 5 (TRH 12h, MLSS 7.873 mg/L)

A continuación se exponen los resultados obtenidos de permeabilidad antes y después de realizarse el contralavado de las membranas durante el quinto experimento.

El concepto de permeabilidad (K) se define como la cantidad de caudal que puede filtrar la membrana por superficie y por presión (Ecuación 10).

En la Figura 147 están representadas las permeabilidades iniciales al contralavado y finales, apreciándose claramente que la permeabilidad inicial y final desciende con el tiempo para luego mantenerse constantes.

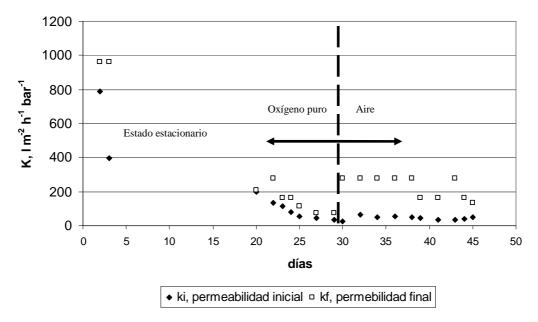


Figura 147. Permeabilidad inicial o anterior a contralavado y permeabilidad final o posterior al contralavado del experimento 5.

A continuación se calcula la recuperación de la membrana debida a las limpiezas químicas y contralavado, es decir, la permeabilidad que es capaz de recuperar la membrana tras el contralavado. En la Figura 148 están representados los porcentajes de recuperación de permeabilidad en contralavado.

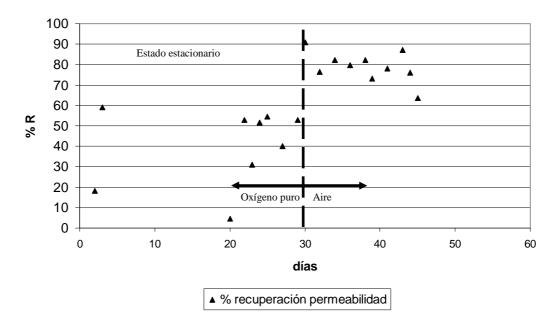


Figura 148. Porcentaje de recuperación de permeabilidad de las membranas debido al contralavado del experimento 5.

En dicha figura se aprecia claramente que dicho porcentaje de recuperación aumenta con el tiempo y que los valores obtenidos son mucho mayores que los obtenidos para los primeros tres experimentos.

5.7.4.6. Evolución de la DBO₅ y DQO en el Experimento 5 (TRH 12h, MLSS 7.873 mg/L)

En este apartado se muestran los valores de DBO₅ y DQO, tanto del efluente (agua residual) procedente de la salida del decantador primario de la planta de aguas residuales que constituye el influente del biorreactor de membranas, como el efluente del biorreactor de membranas.

En la Figura 149 se muestran los valores de DBO₅ y DQO del influente al biorreactor de membranas del quinto experimento. Los valores se mantuvieron estables a lo largo del tiempo, sólo sufriendo variaciones significativas en momentos puntuales, lo que hizo que no se viera afectado el normal funcionamiento del biorreactor de membranas.

La Figura 150 muestra los valores de salida del biorreactor de membranas, es decir del agua permeada a través de la membrana. Los valores obtenidos muestran un efluente de excelente calidad desde el primer día de operación cumpliendo la legislación para el vertido de aguas residuales urbanas.

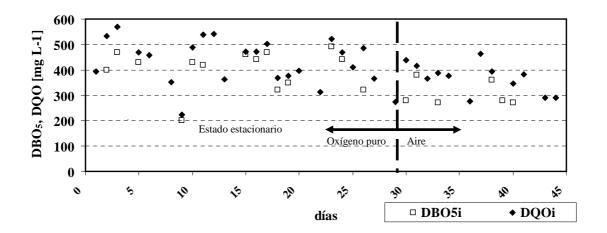


Figura 149. Evolución de DQO y DBO_5 del influente del biorreactor de membranas en el experimento 5.

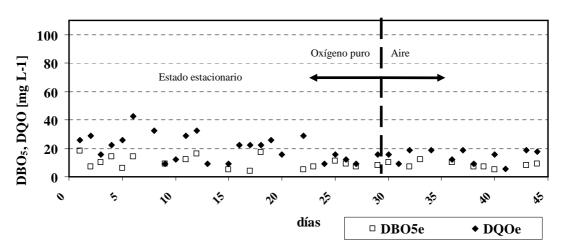


Figura 150. Evolución de DQO y DBO_5 del efluente del biorreactor de membranas en el experimento 5.

5.7.4.7. Evolución de pH y conductividad en el Experimento 5 (TRH 12h, MLSS 7.873 mg/L)

Se analizó el pH y la conductividad tanto en el influente, en el biorreactor de membranas, como en el efluente a lo largo de todo el experimento.

La Figura 151 muestra la evolución del pH del influente y del efluente del reactor biológico del quinto experimento, no mostrando variaciones significativas el pH en ambos.

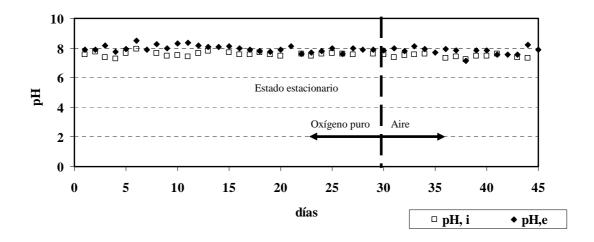


Figura 151. Evolución del pH del influente y del efluente en el experimento 5.

La Figura 152 muestra la evolución de la conductividad del influente y del efluente del reactor biológico del quinto experimento monstrando variaciones significativas, esto se debe a que se trabajó en condiciones reales de alimentación.

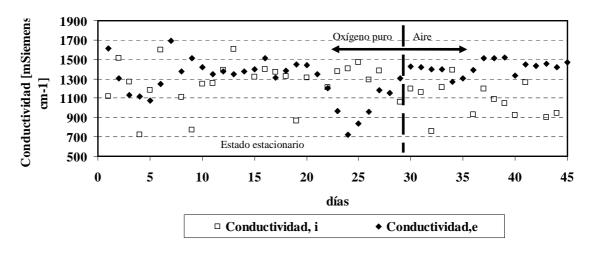


Figura 152. Evolución de la conductividad del influente y del efluente en el experimento 5.

La Figura 153 muestra el pH y conductividad del licor mezcla de biorreactor de membranas, se observan variaciones de conductividad coincidentes con las variaciones mostradas en el influente y el efluente. El pH se mantiene en torno a la neutralidad durante todo el periodo del experimento.

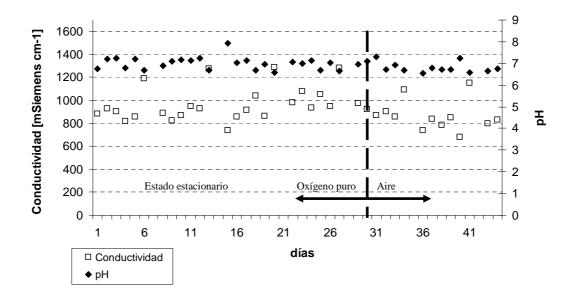


Figura 153. Evolución del pH y conductividad del licor mezcla del biorreactor de membranas en el experimento 5.

5.7.4.8. Evolución de nitrito, nitrato y amonio en el Experimento 5 (TRH 12h, MLSS 7.873 mg/L)

En este apartado se expondrán los datos obtenidos de evolución de compuestos nitrogenados que han tenido lugar durante el quinto experimento. En las siguientes figuras la concentración de nitrógeno está expresada como miligramos de nitrógeno total por litro para hacerlos directamente comparables. En la Figura 154 se muestran la evolución de los compuestos nitrogenados en la entrada del biorreactor de membranas o influente, siendo claramente el mayor aporte de nitrógeno en forma amoniacal por el estado reducido del agua residual de entrada. En la Tabla 22 están recogidas las concentraciones de nitrito, nitrato y amonio medias y la desviación típica.

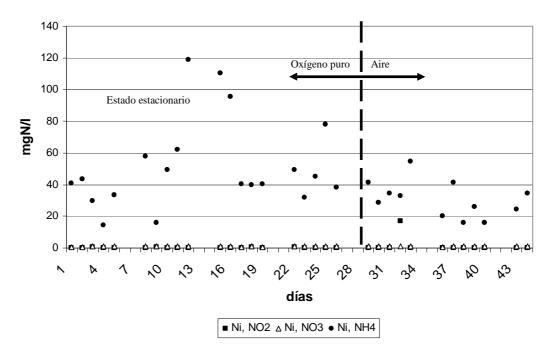


Figura 154. Evolución de los compuestos nitrogenados en forma de amonio, nitritos y nitratos a la entrada del biorreactor de membranas o influente durante el experimento 5.

Tabla 22. Concentración media de amonio, nitrito y nitrato en el influente en el experimento 4.

NH ₄ , mgNt/L	NO ₂ , mgNt/L	NO ₃ , mgNt/L
43,89	0,63	0,98

En la Figura 155 se muestra la evolución de los compuestos nitrogenados a la salida del biorreactor de membranas y se aprecia claramente el dominio de nitritos, hay que recordar que se parte de las condiciones del experimento seis, a partir del día 37 se aprecia el aumento de nitrógeno en forma de nitratos al entrar en nitrificación en fase II.

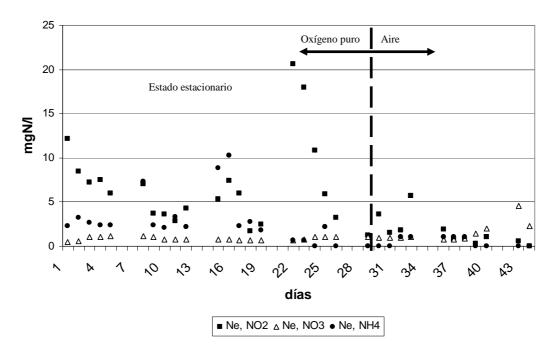


Figura 155. Evolución de los compuestos nitrogenados en forma de amonio, nitritos y nitratos a la salida del biorreactor de membranas o efluente durante el experimento 5.

En la Figura 156 están representados los nitrógenos totales tanto en el influente como en el efluente expresados en miligramos de nitrógeno total por litro y la conservación de eliminación de nitrógeno incluso frente a variaciones de la carga como el ocurrido entre los días 10 y 17. Se observa también cierta correspondencia entre el nitrógeno total a la entrada y la salida. La eliminación de nitrógeno llegó a ser prácticamente completa, pero nunca al 100%.

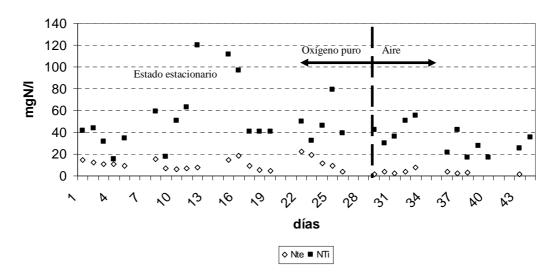


Figura 156. Evolución del total de compuestos nitrogenados en forma de amonio, nitritos y nitratos expresados como concentración de nitrógeno tanto a la salida del biorreactor de membranas o efluente, como en el influente, durante el experimento 5.

5.7.4.9. Evolución de los sólidos en suspensión en efluente e influente en el Experimento 5 (TRH 12h, MLSS 7.873 mg/L)

En este apartado se analizarán los sólidos en suspensión tanto a la entrada del biorreactor de membrana o influente y a la salida del biorreactor de membrana o efluente en el quinto experimento.

En la Figura 157 se observan los sólidos en suspensión y sólidos en suspensión volátiles del influente mostrando fluctuaciones lógicas al trabajar en condiciones reales de alimentación procedente de la planta real.

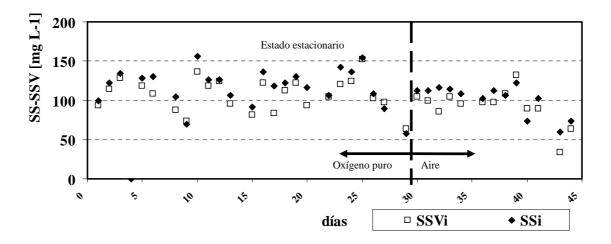


Figura 157. Evolución de los sólidos en suspensión (SS) y sólidos en suspensión volátiles (SSV) del influente de entrada del biorreactor de membranas en el experimento 5.

En la Figura 158 se observan los sólidos en suspensión y sólidos en suspensión volátiles del efluente estando siempre por debajo de 10 mg/L, dejando constancia de la alta eficiencia de filtración de las membranas a lo largo del experimento, con independencia de las fluctuaciones de sólidos en suspensión en la alimentación.

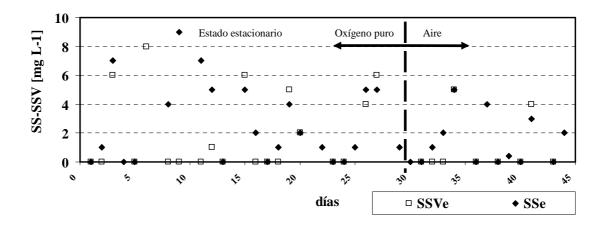


Figura 158. Evolución de los sólidos en suspensión (SS) y sólidos en suspensión volátiles (SSV) del efluente de salida del biorreactor de membranas en el experimento 5.

5.7.4.10. Análisis del tamaño y distribución de partículas en el Experimento 5 (TRH 12h, MLSS 7.873 mg/L)

En la Figura 159 se observa los análisis de tamaño y distribución de las partículas realizados semanalmente durante el quinto experimento a la salida del biorreactor de membranas o efluente. Se observa si se atiende a la escala una gran eliminación de partículas por tamaño, observándose que la mayoría de partículas a la salida están por debajo de 0,8 µm.

Se observa una gran eficiencia de filtración constante con el tiempo, ya que en este experimento no existe puesta en marcha. Remarcar que la medición de la 5ª semana coincidió con periodos de limpieza química, por esta razón pudo deberse el aumento de partículas por debajo de 0,4 µm.

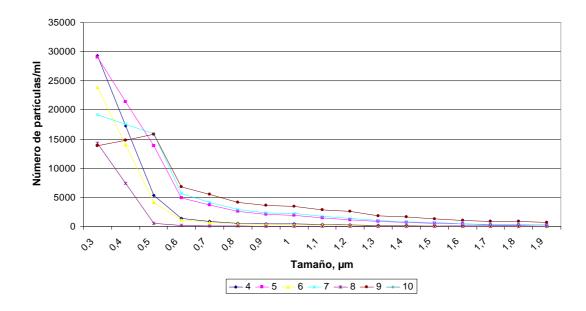


Figura 159. Análisis de tamaño y distribución de partículas del efluente durante el experimento 5.

5.7.4.11. Determinación de coliformes fecales, coliformes totales y heterótrofos en el Experimento 5 (TRH 12h, MLSS 7.873 mg/L)

Con el fin de estudiar la capacidad del sistema para eliminar microorganismos patógenos, se realizó un recuento semanal del indicador de contaminación fecal de coliformes totales y fecales (en forma de *Escherichia coli*) haciéndolo coincidir con el análisis de tamaño y distribución de partículas. Este parámetro de contaminación microbiológica es el fijado por la normativa de las aguas regeneradas.

Durante el período del experimento se estudiaron tres puntos de muestreo: la entrada de la planta piloto, el biorreactor y la salida, para así poder estudiar la capacidad del sistema para eliminar microorganismos patógenos.

La Figura 160 muestra el recuento de *E. Coli* en forma de coliformes fecales del quinto experimento donde el recuento tanto en el reactor biológico como en el influente es muy similar, sin mostrar cambios significativos durante todo el experimento. El recuento se expresa en unidades del logaritmo de unidades

formadoras de colonias por mililitro para hacerlas directamente comparables. Las unidades formadoras de colonias del efluente se expresaron en unidades formadoras de colonia por cada 100 mL para hacerlas directamente comparables con la escala propuesta por la normativa y para ver su tendencia a lo largo del experimento ya que si se expresara por mL no serían comparables haciéndose despreciable.

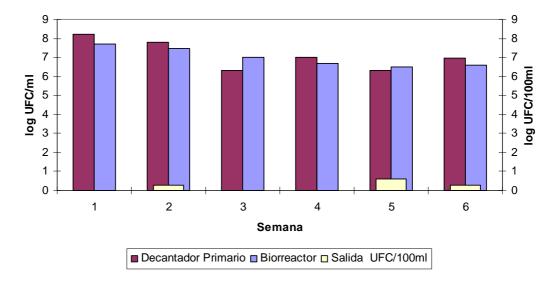


Figura 160. Coliformes fecales detectados en el influente, biorreactor de membrana y efluente durante el experimento 5.

En la Figura se observa que el número de unidades formadoras de colonia de *E. Coli* se encontraron muy por debajo del límite legal durante todo el periodo de experimentación llegándose incluso a la eliminación en un 100%. Con estas mediciones se comprueba que se cumple un requisito indispensable para la reutilización de aguas residuales ya que, a pesar de que según la medición hay un paso de *E. Coli*, es despreciable debido a la sensibilidad de la medida.

Para ahondar más en este requerimiento legal se realizó el recuento de coliformes totales, ya que al ser más restrictiva siempre cumplirá la normativa para *E. Coli* si se cumple para este indicador. En la Figura 161 se encuentran los coliformes fecales detectados en el influente, biorreactor de membrana y efluente.

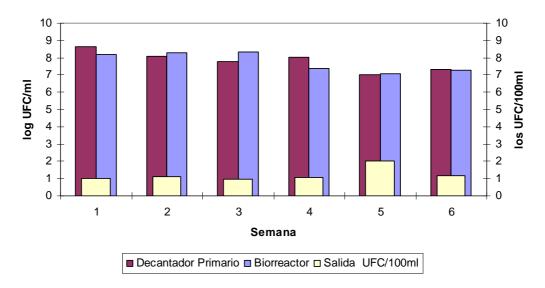


Figura 161. Coliformes totales detectados en el influente, biorreactor de membrana y efluente durante el experimento 5.

En dicha Figura se puede apreciar como se conserva la relación coliformes del influente y biorreactor, y como se cumple la normativa durante todo el periodo de investigación, hecho muy importante ya que incluso se cumple la normativa con este indicador más restrictivo cumpliendo los requerimientos legales para la reutilización de aguas residuales con un gran rendimiento de eliminación de patógenos.

Tal como se dijo en materiales y métodos se hizo un recuento de heterótrofos que engloban a la *E. Coli*, por lo que siempre será mayor que el recuento de coliformes fecales, y bacterias del ambiente que se alimentan de estas, luego el que se mantengan en un valor constante es un buen indicador de que no hay ningún tipo de patógeno que afecte al sistema. En la Figura 162 se pueden ver los coliformes fecales, totales y heterótrofos obtenidos en el influente donde se aprecia que los heterótrofos se mantienen constantes a lo largo del experimento a pesar de las variaciones de *E. Coli*.

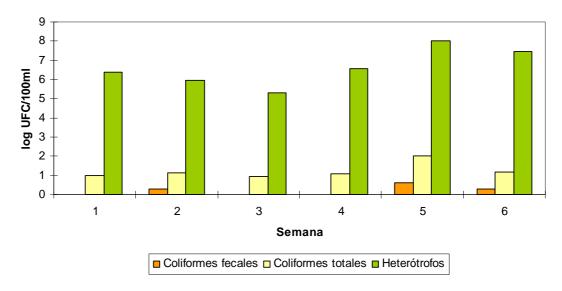


Figura 162. Coliformes fecales, totales y heterótrofos detectados en el influente durante el experimento 5.

5.7.4.12. Viscosidad en el Experimento 5 (TRH 12h, MLSS 7.873 mg/L)

La Figura 163 muestra tanto la viscosidad interpolada a temperatura de operación como la viscosidad a 20° C para poder luego relacionar dicho parámetro con los otros parámetros de operación corregidos a dicha temperatura y los sólidos en suspensión del licor mezcla para apreciar la interrelación existente entre dichos parámetros. De la Figura 163 se puede apreciar que las diferencias de viscosidad interpolada a temperatura de operación y 20° C no presentan diferencias significativas y guarda una fuerte interrelación. Nótese que las mediciones de viscosidad se realizaron del día 30 al 45 debido a la imposibilidad de su ejecución.

Se puede concluir que la interrelación sólidos en suspensión en el licor mezcla y viscosidad es bastante alta, dado que aumentos de sólidos en suspensión conllevan aumentos en la viscosidad de una forma clara, lo que asegura que el dato de viscosidad es representativo del experimento.

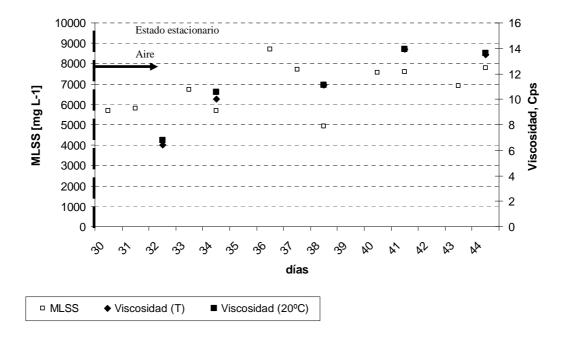


Figura 163. Evolución de la viscosidad a temperatura de operación (T) y 20° C frente a los sólidos en suspensión del licor mezcla del biorreactor de membranas (MLSS) durante el experimento 5.

5.7.4.13. Constantes cinéticas en el Experimento 5 (TRH 12h, MLSS 7.873 mg/L)

En el presente apartado se pretende plasmar los valores de los coeficientes cinéticos obtenidos al final del suministro de oxígeno puro y aire en estado estacionario. Para ello se hizo un experimento respirométrico al finalizar el estado estacionario en ambos casos.

En la Tabla 23 aparecen los valores de oxígeno puro y aire justo al final del estado estacionario en el que se usaron para suministrar las condiciones óxicas al sistema. Se observa que cuando se cambia de oxígeno puro a aire para suministrar las condiciones óxicas al reactor biológico tanto la constante de Monod ,la k_d y la Y aumentan, por el contrario la k_H disminuye.

Tabla 23. Sólidos en suspensión en el licor mezcla, constante de Monod (K_M) , coeficiente de lisis (k_d) , coeficiente de hidrólisis (k_H) y coeficiente de carga (Y) al final del estado estacionario suministrando oxígeno puro y aire en el experimento 5.

Gas	MLSS, mg/L	K _M , mg/L	k _d , día ⁻¹	k _H , día ⁻¹	Y, mgMLSS/mgDQO
Oxígeno Puro	7.800	43,079	0,0249	0,1845	0,762
Aire	7.600	12,639	0,0419	0,1780	0,669

5.7.4.14. Alfa-factor en el Experimento 5 (TRH 12h, MLSS 7.873 mg/L)

Para la medición se hizo la media de la concentración de oxígeno a dos alturas distintas. Se partió de una alta concentración de oxígeno en el biorreactor de membranas. La Figura 164 y Figura 165 muestran la evolución de la concentración de oxígeno media obtenida tanto para el periodo de alimentación con oxígeno puro como con aire respectivamente.

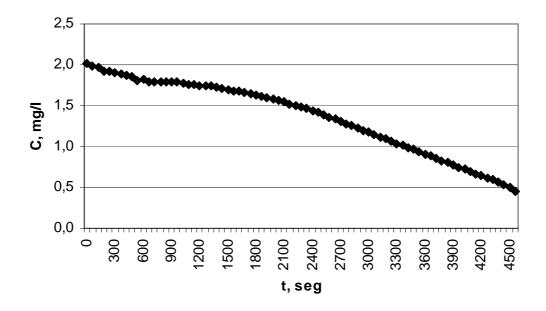


Figura 164. Evolución de la concentración media de oxígeno en el biorreactor de membranas durante el experimento para la obtención del alfa-factor en el experimento 5 usando oxígeno puro.

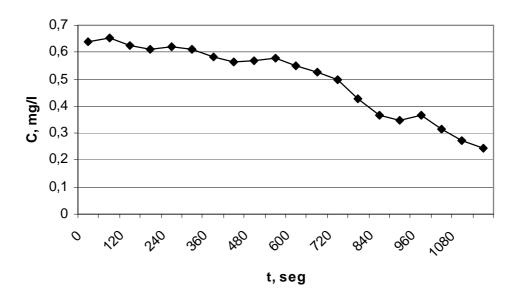


Figura 165. Evolución de la concentración media de oxígeno en el biorreactor de membranas durante el experimento para la obtención del alfa-factor en el experimento 5 usando aire.

En la Figura 166 y Figura 167 se puede apreciar el tratamiento matemático de este experimento cuando se usó oxígeno puro y aire respectivamente por el que se obtuvo una K_L a corregida a 20° C de 0,223·10⁻⁴ s⁻¹ y 0,011·10⁻⁴ s⁻¹ respectivamente. La temperatura a la que se realizaron los experimentos fueron de 25,6° C y 23,8° C respectivamente.

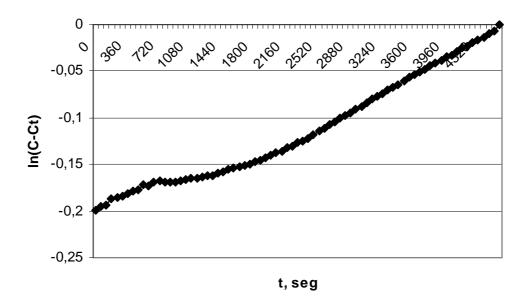


Figura 166. Tratamiento matemático para la obtención del coeficiente de transferencia de masas conducente a la obtención del alfa-factor del experimento 5 usando oxígeno puro.

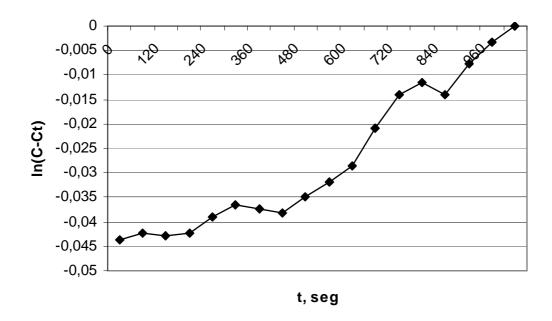


Figura 167. Tratamiento matemático para la obtención del coeficiente de transferencia de masas conducente a la obtención del alfa-factor del experimento 5 usando aire.

Tal y como se describe en el Materiales y Métodos punto 1.1.10.1 el coeficiente de transferencia de masas se obtiene mediante la Ecuación 17.

$$\ln(C_S - C) = \ln(C_S - C_0) - K_L a \cdot t = cons \tan te - K_L a \cdot t$$

Donde C_s es la concentración de saturación, C_0 la concentración inicial de oxígeno disuelto (8 mg/L) y C la concentración de oxígeno disuelto en cada instante.

5.7.5. Experimento 6 con superficie de la membrana de 2,79 m², tiempo de retención hidráulico de 12 horas y concentración de sólidos en suspensión en el licor mezcla de 11.192 mg/L

En esta sexta fase de la investigación de fondo se trabajó con tres módulos de membrana con un total de superficie de filtración de 2,79 m² y con un caudal de filtrado de 40,1 L/h, por lo tanto se trabajó con una carga hidráulica de 14,4 l/m²h. El caudal de contralavado fue 1,5 veces superior, esto es, de 60,1 L/h; por lo tanto la carga hidráulica de contralavado fue de 21,5 L/m²h.

El caudal de aire que es necesario aportar a la membrana con una superficie de 2,79 m² es de 10,2 m³/h; este aire tiene la misión de evitar un rápido ensuciamiento de la membrana al circular tangencial a la misma; esta aireación se hace en un tanque independiente del reactor biológico donde se encuentra el difusor de oxígeno puro. Siempre se mantuvo en ambos tanques la concentración de oxígeno disuelto entre 1,5 y 2,5 mg/L.

Los ciclos de filtrado y de contralavado son de 10 minutos, de los que 9 minutos 45 segundos son de filtrado y 15 segundos de contralavado con agua ya ultrafiltrada.

Como se describe en la introducción del presente documento se puede calcular la carga hidráulica mediante la Ecuación 5.

Siendo la carga hidráulica neta aplicada en esta fase de operación de 13,6 L/m²h. Por lo tanto, el caudal neto considerando los ciclos de filtrado y de contralavado es de 37,3 L/h; teniendo en cuenta que el volumen de reactor biológico es de 447 L, nos queda un tiempo de retención hidráulico de 12 h.

5.7.5.1. Calibrado de caudales de las membranas en el Experimento 6 (TRH 12h, MLSS 11.192 mg/L)

Al igual que en las fases anteriores se calibraron las bombas de alimentación con el potenciómetro previamente calibrado.

La calibración de los caudales en función de la potencia de los potenciómetros se realizó con agua potable, midiendo el volumen de filtrado por unidad de tiempo y la presión transmembrana; se obtuvieron los resultados que muestra la Tabla 24.

Tabla 24. Resultados del caudal frente a valores del potenciómetro en planta piloto de biorreactores de membrana con tres módulos de superficie total de filtración de 2,79 m² en el experimento 6.

Potencia, %	Q, L/h	P, Kpa	$J, L/(m^2 h)$
10,0	10,2	0,33	3,65
12,5	16,8	1,69	6,02
15,0	21,6	1,69	7,74
17,5	32,4	3,38	11,61
20,0	36,0	3,38	12,90
22,5	42,0	5,07	15,05
25,0	45,6	5,07	16,34
27,5	57,0	5,75	20,43
30,0	63,0	6,77	22,58
32,5	69,0	7,78	24,73
35,0	72,0	8,46	25,80

Se observa que la relación existente entre potencia y caudal es lineal, cuya ecuación es Y= 2,5331x -16,904 como se observa en la Figura 168.

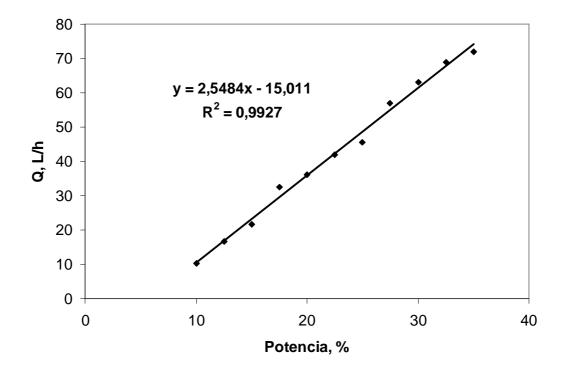


Figura 168. Caudal en L/h frente al valor del potenciómetro en % en la planta piloto de biorreactores de membrana con módulo de 2,79 m² en el experimento 6.

En la Figura 169 se aprecia la evolución de la presión transmembrana medida en función de la potencia marcada en la bomba y se puede observar como a mayor potencia existe una mayor presión transmembrana. En la Figura 170, se observa también cómo aumenta la presión transmembrana al incrementarse el caudal, por lo tanto existe una relación entre potencia, caudal y presión transmembrana; al aumentar la potencia de la bomba se incrementa el caudal a tratar de forma lineal y a su vez la presión transmembrana.

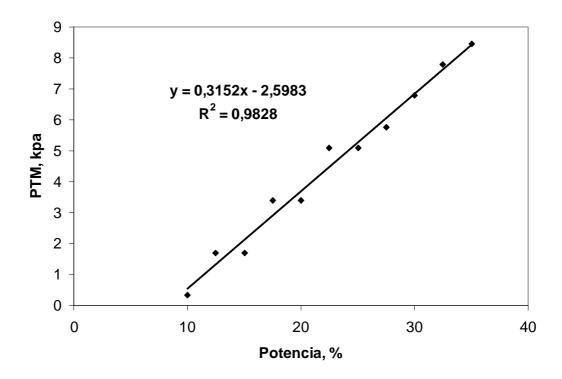


Figura 169. Presión transmembrana frente a variaciones de potencia en la planta piloto de biorreactores de membrana con módulo de 2,79 m² en el experimento 6.

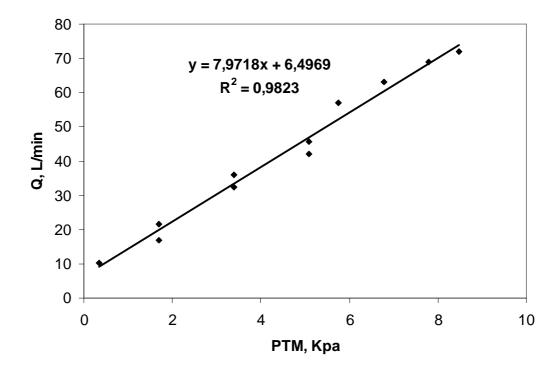


Figura 170. Presión transmembrana frente al caudal en la planta piloto de biorreactores de membrana con módulo de $2,79~\text{m}^2$ en el experimento 6.

Siempre hay que trabajar a caudales por debajo de la presión máxima admisible indicada por el fabricante, o presión de seguridad, que en el caso de las membranas utilizadas es de -50 Kpa, según marca el fabricante. Además, teniendo en cuenta que este ensayo se realizó con agua potable, estas condiciones son las más favorables, por lo que se tiene que trabajar con valores de potencia mucho menores para evitar un rápido ensuciamiento de la membrana o una rotura de la misma. Se realizó una comprobación semanal de la relación de caudal suministrado y potencia de la bomba para evitar oscilaciones en los caudales debido a la variabilidad que pudiera ocasionarse en los potenciómetros.

El caudal de filtrado marcado en esta fase de la investigación es de 40,1 L/h, por lo tanto la potencia que se le debe de aplicar a la bomba de filtrado es del 21,5%, fijándose una potencia de 1,5 veces superior para el contralavado, ésta queda en el 32,5%.

5.7.5.2. Evolución de MLSS y MLSSV en el reactor biológico en el Experimento 6 (TRH 12h, MLSS 11.192 mg/L)

En esta sexta fase se pretendía estudiar como influye la concentración de MLSS en el biorreactor de membrana trabajando a un TRH de 12 h a los rendimientos de eliminación de materia orgánica y aireación, queriéndose trabajar a concentraciones de MLSS en torno a 10.000 mg/L.

En la Figura 171 se aprecia la evolución de los sólidos en suspensión en el licor mezcla y los sólidos en suspensión volátiles del biorreactor en el sexto experimento realizado. Se trabajó con acumulación de sólidos en suspensión y se realizaron purgas para conseguir estabilizar la planta en distintas concentraciones de MLSS y así analizar los distintos parámetros investigados.

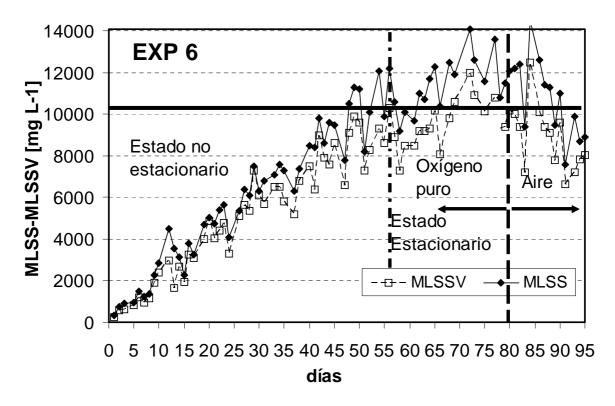


Figura 171. Evolución MLSS y MLSSV del experimento 6 en el BRM.

La concentración de MLSS y MLSSV en el sistema se ven incrementados desde el primer día, hasta una vez alcanzados los MLSS próximos a 10.000 mg/L, entonces se aplica un balance de masas al sistema para obtener el caudal de purga necesario para mantener los MLSS constantes entorno a la concetración deseada, en este caso es de 32 L/día. Este caudal de purga se aplicó a partir del día 57 de experimentación. Se obtuvo una concentración de MLSS media en el sistema de 11.192 mg/L.

La separación antes de aplicarse la purga se le denomina estado no estacionario, después de aplicar la purga se alcanza el estado estacionario de operación el día 47. Durante el estado estacionario los MLSSV fueron el 84,4% de los totales.

5.7.5.3. Evolución de las temperaturas en el Experimento 6 (TRH 12h, MLSS 11.192 mg/L)

Como se ha comentado anteriormente la investigación se realizó en condiciones ambientales reales, por ello se observa en el cuarto experimento que también existe variabilidad en la temperatura. En esta fase se observa como las temperaturas oscilan entre 25 y 10° C durante la fase de investigación, y se mantienen durante la fase de estado estacionario en torno a los 10° C (Figura 118). Este ascenso de temperatura es típico de la época que se realizó la investigación de febrero a mayo. La media de temperatura fue de 19,5° C.

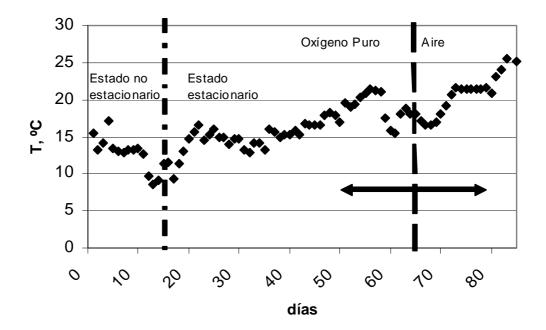


Figura 172. Evolución de la temperatura en el interior del reactor biológico en el BRM en el experimento 6.

5.7.5.4. Presiones de funcionamiento en el Experimento 6 (TRH 12h, MLSS 11.192 mg/L)

En este apartado se verá la presión transmembrana existente en la sexta fase de experimentación.

En la Figura 173 se observa la evolución de la presión transmembrana a lo largo del experimento. Se pueden apreciar los cambios de presión los días en los que se realizó la limpieza química con HClO.

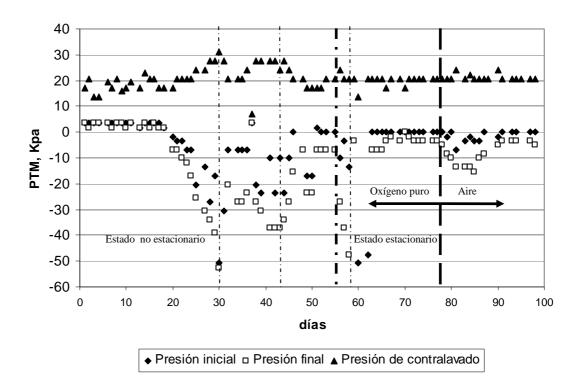


Figura 173. Evolución de la presión transmembrana en el inicio del ciclo de filtrado, final del ciclo de filtrado y en el ciclo de contralavado en el experimento 6.

Durante la sexta fase de investigación se observan tres grandes variaciones de presiones alcanzadas, que pudieron ser debidas a vertidos ya que se trata de condiciones reales de alimentación, en estos puntos se hizo necesario limpieza intensiva los días 30, 44 y 60 para eliminar impurezas de carácter inorgánico. Después de estos vertidos las presiones no varían manteniéndose estable.

5.7.5.5. Permeabilidad de las membranas y recuperación de permeabilidad por contralavado en el Experimento 6 (TRH 12h, MLSS 11.192 mg/L)

A continuación se exponen los resultados obtenidos de permeabilidad antes y después de realizarse el contralavado de las membranas durante el sexto experimento.

El concepto de permeabilidad (K) se define como la cantidad de caudal que puede filtrar la membrana por superficie y por presión (Ecuación 10).

En la Figura 174 están representados las permeabilidades inicial al contralavado y finales, apreciándose claramente que la permeabilidad inicial y final desciende con el tiempo para luego permanecer prácticamente constantes.

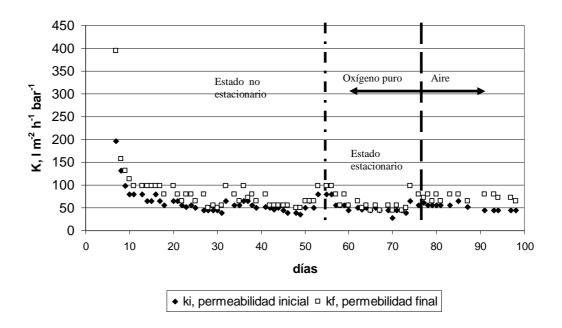


Figura 174. Permeabilidad inicial o anterior a contralavado y permeabilidad final o posterior al contralavado del experimento 6.

A continuación se calcula la recuperación de la membrana debida a las limpiezas químicas y contralavado, es decir, la permeabilidad que es capaz de recuperar la membrana tras el contralavado. En la Figura 175 están representados los porcentajes de recuperación de permeabilidad en contralavado.

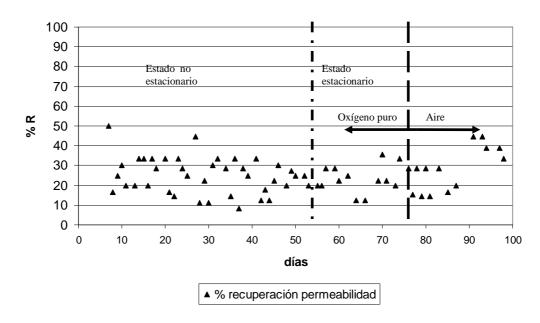


Figura 175. Porcentaje de recuperación de permeabilidad de las membranas debido al contralavado del experimento 6.

En dicha figura se aprecia claramente que dicho porcentaje de recuperación permanece prácticamente constante. Hay que destacar que los valores de recuperación en este experimento no son tan altos como los obtenidos en el caso de los experimentos 4 y 5 a pesar de trabajar con las membranas nuevas, esto pudo deberse al hecho de que se trabajó con bajas concentraciones de sólidos en suspensión.

5.7.5.6. Evolución de la DBO₅ y DQO en el Experimento 6 (TRH 12h, MLSS 11.192 mg/L)

En este apartado se muestran los valores de DBO₅ y DQO, tanto del efluente (agua residual) procedente de la salida del decantador primario de la planta de aguas residuales que constituye el influente del biorreactor de membranas, como el efluente del biorreactor de membranas.

En la Figura 176 se muestran los valores de DBO₅ y DQO del influente al biorreactor de membranas del primer experimento. Los valores fluctuaron durante los primeros 45 días, terminando en un incremento significativo en la carga orgánica. A pesar de esto no se vio afectado el normal funcionamiento del

biorreactor de membranas. Estas fluctuaciones se debieron a que se trabajó en condiciones reales.

La Figura 177 muestra los valores de salida del biorreactor de membranas, es decir del agua permeada a través de la membrana. Los valores obtenidos muestran un efluente de alta calidad a partir de los cinco días de operación. Este hecho es normal teniendo en cuenta que la DQO y DBO₅ originadas a partir de la materia particulada se elimina por la membrana al filtrar prácticamente todos los sólidos en suspensión (SS), quedando sólo la fracción soluble que se elimina mediante el proceso biológico cuando las condiciones de operación son apropiadas.

Sólo aumentaron su valor los últimos días, pero se mantuvo la alta eficiencia de eliminación de materia orgánica igualmente estando por debajo de 25 mg/L de DBO₅ y DQO por debajo de 125 mg/L cumpliendo la legislación para el vertido de aguas residuales urbanas. Las DBO₅ de la fase experimental no se obtuvieron correctamente, luego para la discusión sólo se tomaron los primeros valores de la fase de aireación con aire.

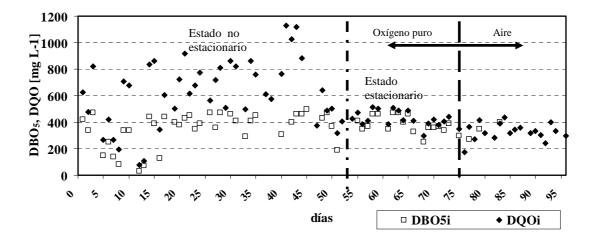


Figura 176. Evolución de DQO y DBO_5 del influente del biorreactor de membranas en el experimento 6.

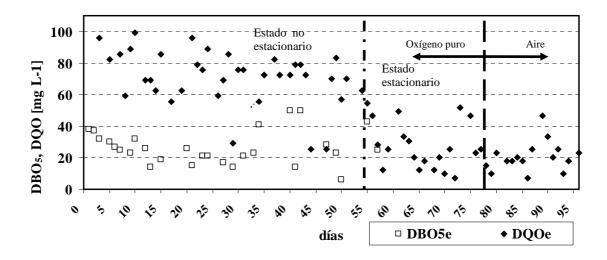


Figura 177. Evolución de DQO y DBO_5 del efluente del biorreactor de membranas en el experimento 6.

5.7.5.7. Evolución de pH y conductividad en el Experimento 6 (TRH 12h, MLSS 11.192 mg/L)

Se analizó el pH y la conductividad tanto en el influente, en el biorreactor de membranas, como en el efluente a lo largo de todo el experimento.

La Figura 178 muestra la evolución del pH influente y del efluente del reactor biológico del sexto experimento, no mostrando variaciones significativas el pH salvo al principio del experimento.

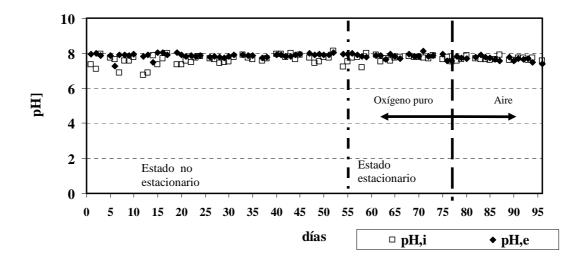


Figura 178. Evolución del pH del influente y del efluente en el experimento 6.

La Figura 179 muestra la evolución del pH del influente y del efluente del reactor biológico del sexto experimento, tanto en el efluente mostró variaciones significativas durante el periodo de estado no estacionario y al final del experimento mostrando un descenso significativo. En el efluente varió durante todo el experimentó debido a las fluctuaciones derivadas de trabajar en condiciones reales de alimentación

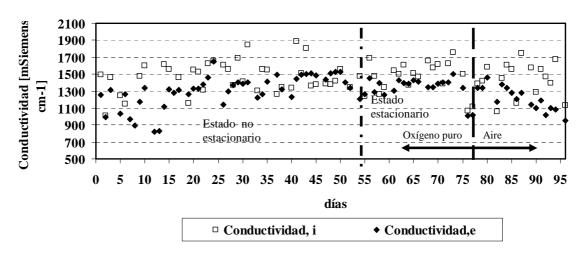


Figura 179. Evolución de la conductividad del influente y del efluente en el experimento 6.

La Figura 180 muestra el pH y conductividad del licor mezcla de biorreactor de membranas, se observa un aumento en la conductividad los primeros días y un descenso los últimos coincidentes con la disminución de conductividad observada en el influente.

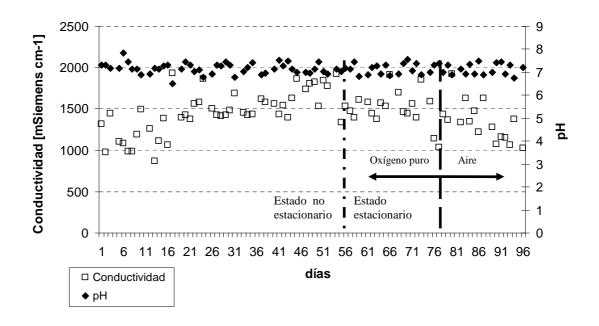


Figura 180. Evolución del pH y conductividad del licor mezcla del biorreactor de membranas en el experimento 6.

5.7.5.8. Evolución de nitrito, nitrato y amonio en el Experimento 6 (TRH 12h, MLSS 11.192 mg/L)

En este apartado se expondrán los datos obtenidos de evolución de compuestos nitrogenados que han tenido lugar durante el sexto experimento. En las siguientes figuras la concentración de nitrógeno está expresada como miligramos de nitrógeno total por litro para hacerlos directamente comparables. En la Figura 181 se muestran la evolución de los compuestos nitrogenados en la entrada del biorreactor de membranas o influente, siendo claramente el mayor aporte de nitrógeno en forma amoniacal por el estado reducido del agua residual de entrada. En la Tabla 25 están recogidas las concentraciones de nitrito, nitrato y amonio medias y la desviación típica.

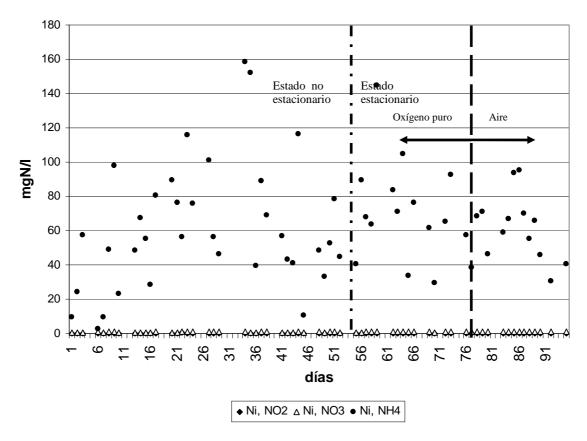


Figura 181. Evolución de los compuestos nitrogenados en forma de amonio, nitritos y nitratos a la entrada del biorreactor de membranas o influente durante el experimento 6.

Tabla 25. Concentración media de amonio, nitrito y nitrato en el influente en el experimento 6.

NH ₄ , mgNt/L	NO ₂ , mgNt/L	NO ₃ , mgNt/L
63,58	0,05	0,85

En la Figura 182 se muestra la evolución de los compuestos nitrogenados a la salida del biorreactor de membranas y se aprecia claramente el descenso con el tiempo del nitrógeno en forma amoniacal, empezando la nitrificación en fase I el día 81, está nitrificación continuará como ya se vio en el experimento cinco que cronológicamente se realizó después de este experimento.

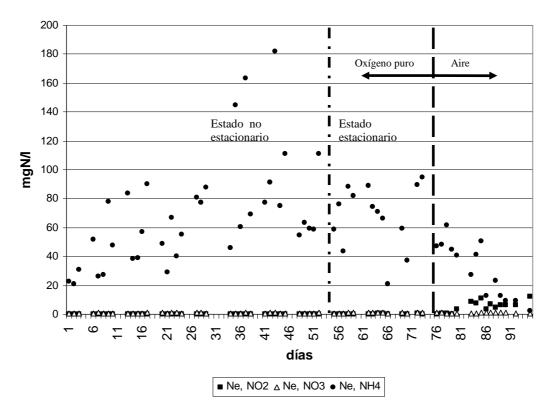


Figura 182. Evolución de los compuestos nitrogenados en forma de amonio, nitritos y nitratos a la salida del biorreactor de membranas o efluente durante el experimento 6.

En la Figura 183 están representados los nitrógenos totales tanto en el influente como en el efluente expresados en miligramos de nitrógeno total por litro. Se observa que hasta que no empieza la nitrificación en fase I (día 81) no empieza a existir una correlación entre nitrógeno de entrada y de salida y a aumentar la eliminación de nitrógeno.

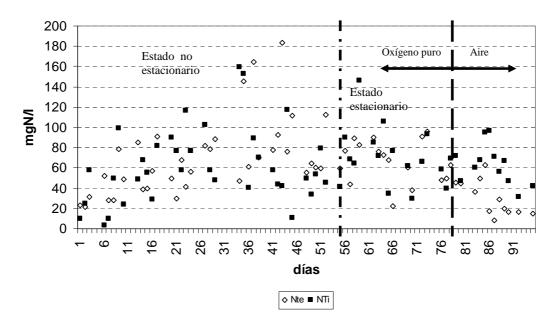


Figura 183. Evolución del total de compuestos nitrogenados en forma de amonio, nitritos y nitratos expresados como concentración de nitrógeno tanto a la salida del biorreactor de membranas o efluente, como en el influente, durante el experimento 6.

5.7.5.9. Evolución de los sólidos en suspensión en efluente e influente en el Experimento 6 (TRH 12h, MLSS 11.192 mg/L)

En este apartado se analizarán los sólidos en suspensión tanto a la entrada del biorreactor de membrana o influente y a la salida del biorreactor de membrana o efluente en el sexto experimento.

En la Figura 184 se observan los sólidos en suspensión y sólidos en suspensión volátiles del influente mostrando fluctuaciones lógicas al trabajar en condiciones reales de alimentación procedente de la planta real.

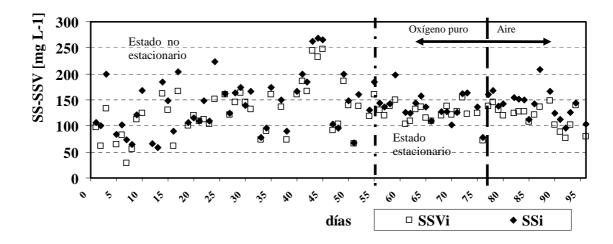


Figura 184. Evolución de los sólidos en suspensión (SS) y sólidos en suspensión volátiles (SSV) del influente de entrada del biorreactor de membranas en el experimento 6.

En la Figura 185 se observan los sólidos en suspensión y sólidos en suspensión volátiles del efluente estando siempre por debajo de 10 mg/L, dejando constancia de la alta eficiencia de filtración de las membranas a lo largo del experimento, con independencia de las fluctuaciones de sólidos en suspensión en la alimentación.

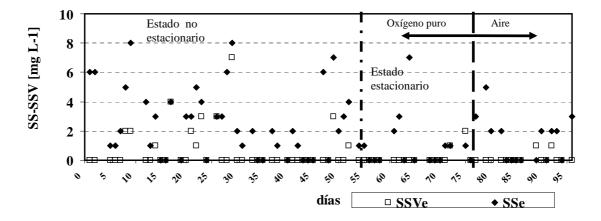


Figura 185. Evolución de los sólidos en suspensión (SS) y sólidos en suspensión volátiles (SSV) del efluente de salida del biorreactor de membranas en el experimento 6.

5.7.5.10. Análisis del tamaño y distribución de partículas en el Experimento 6 (TRH 12h, MLSS 11.192 mg/L)

En la Figura 186 se observa los análisis de tamaño y distribución de las partículas realizados semanalmente durante el sexto experimento a la salida del biorreactor de membranas o efluente. Se observa si se atiende a la escala una gran eliminación de partículas por tamaño, observándose que la mayoría de partículas a la salida están por debajo de 0,8 µm.

También se observa que conforme se aleja de la semana de puesta en marcha el número de partículas disminuye.

Reseñar que en este experimento se alcanza rápidamente la disminución del número de partículas debido al cambio de membranas y aumento de superficie de filtración.

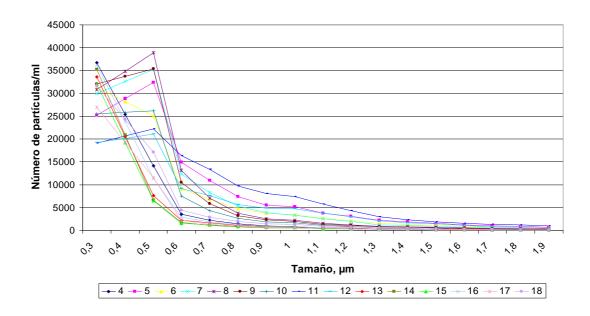


Figura 186. Análisis de tamaño y distribución de partículas del efluente durante el experimento 6.

5.7.5.11. Determinación de coliformes fecales, coliformes totales y heterótrofos en el Experimento 6 (TRH 12h, MLSS 11.192 mg/L)

Con el fin de estudiar la capacidad del sistema para eliminar microorganismos patógenos, se realizó un recuento semanal del indicador de contaminación fecal de coliformes totales y fecales (en forma de *Escherichia coli*) haciéndolo coincidir con el análisis de tamaño y distribución de partículas. Este parámetro de contaminación microbiológica es el fijado por la normativa de las aguas regeneradas.

Durante el período del experimento se estudiaron tres puntos de muestreo: la entrada de la planta piloto, el biorreactor y la salida, para así poder estudiar la capacidad del sistema para eliminar microorganismos patógenos.

La Figura 187 muestra el recuento de *E. Coli* en forma de coliformes fecales del sexto experimento donde el recuento tanto en el reactor biológico como en el influente es muy similar, sin mostrar cambios significativos durante todo el experimento. El recuento se expresa en unidades del logaritmo de unidades formadoras de colonias por mililitro para hacerlas directamente comparables.

Las unidades formadoras de colonias del efluente se expresaron en unidades formadoras de colonia por cada 100 mL para hacerlas directamente comparables con la escala propuesta por la normativa y para ver su tendencia a lo largo del experimento ya que si se expresara por mL no serían comparables haciéndose despreciable.

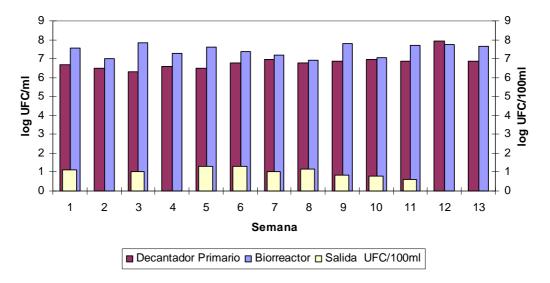


Figura 187. Coliformes fecales detectados en el influente, biorreactor de membrana y efluente durante el experimento 6.

En la Figura se observa que en todo momento la cantidad de *E. Coli* se mantiene baja, incluso durante la fase de estado no estacionario, su valor se redujo por debajo de los límites legales llegándose incluso a la eliminación en un 100%. Con estas mediciones se comprueba que se cumple un requisito indispensable para la reutilización de aguas residuales ya que, a pesar de que según la medición hay un paso de *E. Coli*, es despreciable debido a la sensibilidad de la medida.

Para ahondar más en este requerimiento legal se realizó el recuento de coliformes totales, ya que al ser más restrictiva siempre cumplirá la normativa para *E. Coli* si se cumple para este indicador. En la Figura 188 se encuentran los coliformes fecales detectados en el influente, biorreactor de membrana y efluente.

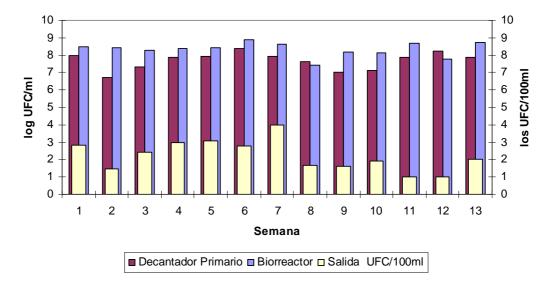


Figura 188. Coliformes totales detectados en el influente, biorreactor de membrana y efluente durante el experimento 6.

En dicha Figura se puede apreciar como se conserva la relación coliformes del influente y biorreactor, y como aumenta el recuento de coliformes, aunque cumpliendo con los *E. Coli* se cumple los requerimientos legales para la reutilización de aguas residuales con un gran rendimiento de eliminación de patógenos.

Tal como se dijo en materiales y métodos se hizo un recuento de heterótrofos que engloban a la *E. Coli*, por lo que siempre será mayor que el recuento de coliformes fecales, y bacterias del ambiente que se alimentan de estas, luego el que se mantengan en un valor constante es un buen indicador de que no hay ningún tipo de patógeno que afecte al sistema. En la Figura 189 se pueden ver los coliformes fecales, totales y heterótrofos obtenidos en el influente donde se aprecia que los heterótrofos se mantienen constantes a lo largo del experimento a pesar de las variaciones de *E. Coli*.

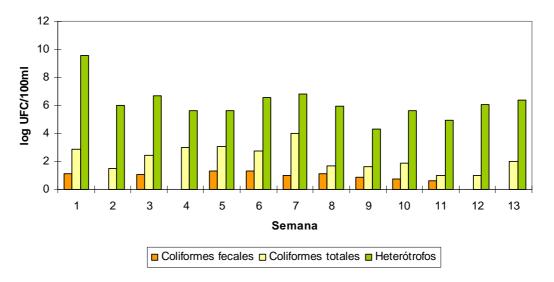


Figura 189. Coliformes fecales, totales y heterótrofos detectados en el influente durante el experimento 6.

5.7.5.12. Viscosidad en el Experimento 6 (TRH 12h, MLSS 11.192 mg/L)

Durante este periodo de investigación el viscosímetro tuvo que ser reparado y reemplazado por uno nuevo, luego no se obtuvieron datos de viscosidad, pero si puede estimarse a partir de los datos de viscosidad en estado estacionario de los dos ciclos posteriores en el tiempo, que son los experimentos 4 y 5 donde se empleó el viscosímetro nuevo. Para ello se tomaron los datos de viscosidad a 20° C y se extrapoló a la concentración de sólidos en suspensión en el equilibrio, en este caso 11.192 mg/L.

Para cerciorarnos de que el dato es coherente se comparó con el dato obtenido para el viscosímetro antiguo a aproximadamente los mismos MLSS en estado estacionario.

Después de ver estos datos podemos concluir que la extrapolación y la comprobación posterior son aptos para tomar el dato de viscosidad en este experimento como 11,2 Cp a 20° C.

5.7.5.13. Constantes cinéticas en el Experimento 6 (TRH 12h, MLSS 11.192 mg/L)

En el presente apartado se pretende plasmar los valores de los coeficientes cinéticos tanto para la puesta en marcha como para el estado estacionario. Para ello se hizo un experimento respirométrico semanalmente durante la puesta en marcha, y otro justamente al finalizar el periodo de alimentación con oxígeno puro y con aire.

En las siguientes tablas los valores aparecen en orden creciente de sólidos en suspensión en el licor mezcla, por lo que sus valores aparecen también. Los valores para la puesta en marcha y final de alimentación con oxígeno puro se muestran en la Tabla 26. En la Tabla 27 aparecen los valores de oxígeno puro y aire justo al final del estado estacionario en el que se usó uno y otro para suministrar las condiciones óxicas al sistema. En la Tabla 26 se observa como todos los parámetros cinéticos disminuyen conforme aumenta la concentración de MLSS en el reactor biológico mientras la Y permanece prácticamente constante. En la Tabla 27 se observa que cuando se cambia de oxígeno puro a aire para suministrar las condiciones óxicas al reactor biológico tanto la constante de Monod como la k_d aumentan, por el contrario la k_H y la Y disminuyen.

Tabla 26. Sólidos en suspensión en el licor mezcla, constante de Monod (K_M) , coeficiente de lisis (k_d) , coeficiente de hidrólisis (k_H) y coeficiente de carga (Y) durante el estado no estacionario del experimento 6.

MLSS, mg/L	K _M , mg/L	k _d , día ⁻¹	k _H , día ⁻¹	Y, mgMLSS/mgDQO
3.420	73,954	0,1040	0,6550	0,931
5.200	68,002	0,0520	0,3869	0,935
6.400	43,294	0,0332	0,3189	0,953
8.400	2,566	0,0243	0,3013	0,959
6.400	43,294	0,0332	0,3189	0,953

Tabla 27. Sólidos en suspensión en el licor mezcla, constante de Monod (K_M) , coeficiente de lisis (k_d) , coeficiente de hidrólisis (k_H) y coeficiente de carga (Y) al final del estado estacionario suministrando oxígeno puro y aire en el experimento 6.

Gas	MLSS, mg/L	K _M , mg/L	k _d , día ⁻¹	k _H , día ⁻¹	Y, mgMLSS/mgDQO
Oxígeno Puro	12.600	3,647	0,0142	0,1266	0,871
Aire	11.400	5,447	0,2376	0,1021	0,867

5.7.5.14. Alfa-factor en el Experimento 6 (TRH 12h, MLSS 11.192 mg/L)

Para la medición se hizo la media de la concentración de oxígeno a dos alturas distintas. Se partió de una alta concentración de oxígeno en el biorreactor de membranas. La Figura 190y la Figura 191 muestran la evolución de la concentración de oxígeno media obtenida tanto para el periodo de alimentación con oxígeno puro como con aire respectivamente.

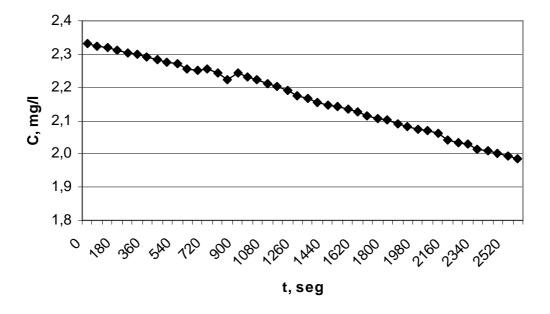


Figura 190. Evolución de la concentración media de oxígeno en el biorreactor de membranas durante el experimento para la obtención del alfa-factor en el experimento 6 usando oxígeno puro.

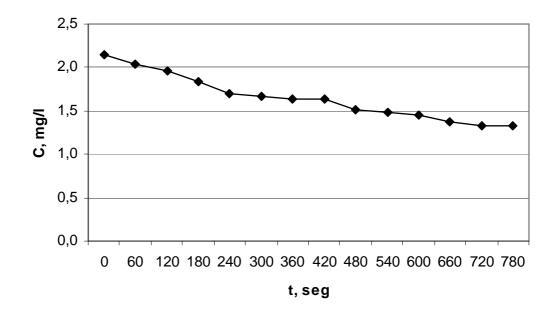


Figura 191. Evolución de la concentración media de oxígeno en el biorreactor de membranas durante el experimento para la obtención del alfa-factor en el experimento 6 usando aire.

En la Figura 192 y la Figura 193 se puede apreciar el tratamiento matemático de este experimento cuando se usó oxígeno puro y aire respectivamente por el que se obtuvo una K_L a corregida a 20° C de $0,223\cdot10^{-4}~s^{-1}$ y $1,314\cdot10^{-4}~s^{-1}$ respectivamente. La temperatura a la que se realizaron los experimentos fueron de 14,9° C y 22,1° C respectivamente.

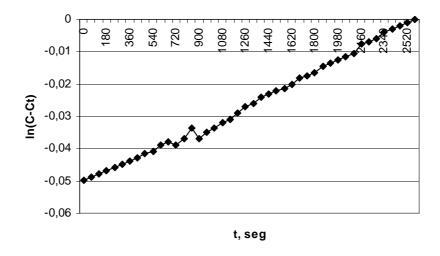


Figura 192. Tratamiento matemático para la obtención del coeficiente de transferencia de masas conducente a la obtención del alfa-factor del experimento 6 usando oxígeno puro.

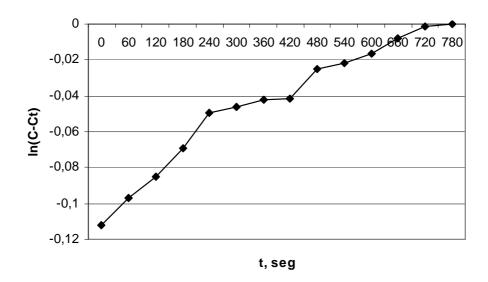


Figura 193. Tratamiento matemático para la obtención del coeficiente de transferencia de masas conducente a la obtención del alfa-factor del experimento 6 usando aire.

Tal y como se describe en el Materiales y Métodos punto 5.3.15 el coeficiente de transferencia de masas se obtiene mediante la Ecuación 17.

$$\ln(C_S - C) = \ln(C_S - C_0) - K_I a \cdot t = cons \tan te - K_I a \cdot t$$

Donde C_s es la concentración de saturación, C_0 la concentración inicial de oxígeno disuelto (8 mg/L) y C la concentración de oxígeno disuelto en cada instante.

5.7.5.15. Análisis SEM/EDX.

En este apartado se procede a la exposición de los resultados de integridad obtenidos de los distintos módulos de membranas usados antes del cambio de membranas, al final del experimento 3, y después del cambio de membranas, a partir del experimento 4. En la Figura 194 y Figura 195 se observan las muestras de membranas preparadas para el análisis de SEM (microscopía electrónica de barrido) de las dos etapas diferenciadas. Las membranas nombradas como BFM es de la biopelícula formada, H, después de lavado con hipoclorito y HC después de lavado con cítrico. Las que están seguidas de I es de la parte interna de la membrana. Por último las membranas antiguas son las terminadas en 05, y las nuevas en 09.

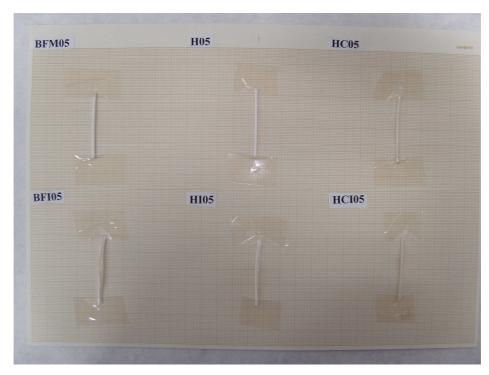


Figura 194. Fotografía de las muestras de membranas antiguas y nuevas para realizarse el SEM (Microscopía electrónica).

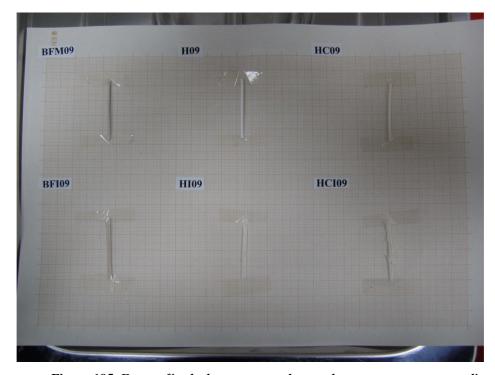


Figura 195. Fotografía de las muestras de membranas nuevas para realizarse el SEM (Microscopía electrónica).

Para el caso de las membranas nuevas, es decir, las que se usaron a partir del experimento 3, no se encontraron partículas en el interior de la membrana, tal como se puede apreciar en la Figura 196.

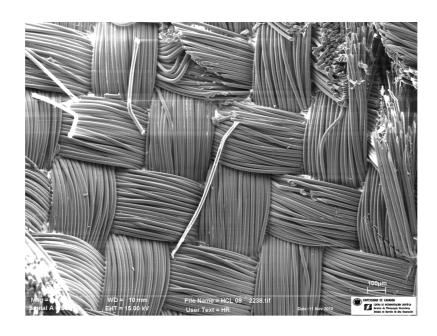


Figura 196. Análisis de SEM de las membranas nuevas a resolución de 100 µm.

Las roturas observadas en la Figura son roturas debido al corte realizado para abrir la membrana, por lo que se tratan de cortes limpios, pero no se observa rotura de membranas ni ensuciamiento entre hebras.

También se hicieron análisis SEM/EDX (Espectroscopía de fluorescencia de rayos X) de los compuestos químicos elementales de componentes en la superficie de la membrana para ver cuáles eran los que podían provocar el ensuciamiento de las membranas y qué sustancias habían ensuciado o dañado la membrana. Este experimento se realizó para ambos casos, tanto para las antiguas membranas como para las nuevas.

Se realizó también SEM/EDX de la biopelícula formada en la superficie de las membranas para el caso de las membranas nuevas (Figura 197), siendo la composición principal carbono, oxígeno y fósforo atribuidos a los microorganismos observados, no encontrándose ningún metal o cuerpo extraño que pudiera dañar a la membrana.

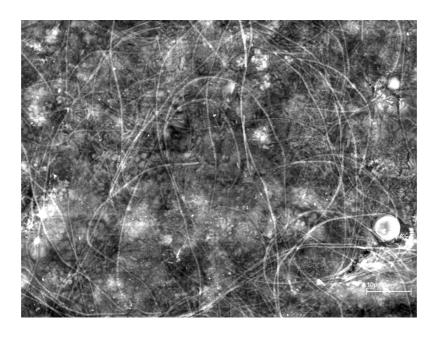


Figura 197. Análisis de SEM de la biopelícula formada en las membranas nuevas a resolución de 10µm.

En el caso de las membranas nuevas, las utilizadas a partir del experimento 4, mediante EDX sólo se encontrándose en el caso de las membranas nuevas carbono, oxígeno y fósforo en mínimas cantidades, reafirmando que las membranas no tuvieron deterioro durante los tres últimos experimentos de la investigación de fondo. La integridad de la membrana se mantuvo después de realizarse limpiezas químicas.

Se realizó también SEM de la biopelícula formada en la superficie de las membranas para el caso de las membranas nuevas (Figura 198), siendo la composición principal carbono, oxígeno y fósforo atribuidos a los microorganismos observados, no encontrándose ningún metal o cuerpo extraño que pudiera dañar a la membrana.

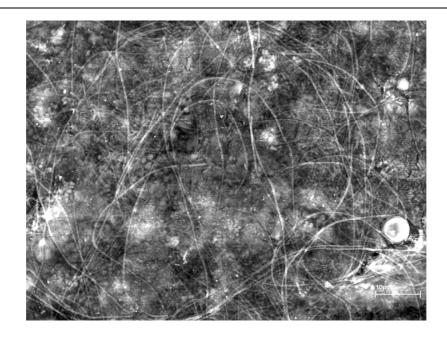


Figura 198. Análisis de SEM de la biopelícula formada en las membranas nuevas a resolución de 10µm.

En el caso de las membranas nuevas, las utilizadas a partir del experimento 4, mediante EDX sólo se encontró carbono, oxígeno y fósforo en mínimas cantidades, reafirmando que las membranas no tuvieron deterioro durante los tres últimos experimentos de la investigación de fondo. La integridad de la membrana se mantuvo tanto después de realizarse limpiezas químicas como limpiezas químicas intensivas.

En la Figura 199 se puede observar el EDT (Detector de secundario de alto vacío) de la membrana antigua con una magnificación del 60%. En ella se pueden ya apreciar ralladuras, incrustaciones y poros, por lo que se hará un examen más exhaustivo de la membrana, haciendo un estudio pormenorizado del estado de la membrana después de la limpieza química con hipoclorito y cítrico.

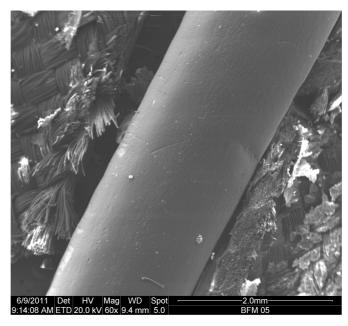


Figura 199. Fotografía de las muestras de membranas antiguas para realizarse el SEM (Microscopía electrónica) antes de limpieza química.

Para el caso de las membranas antiguas (8 años de vida útil) se realizó SEM/EDX de los puntos más luminosos de los SSD (Solid State Detector), (Figura 200). En esta fotografía se aprecian aperturas de poro que pudieron ser los responsables de la disminución de rendimiento de recuperación de la permeabilidad y disminución de eliminación de patógenos.

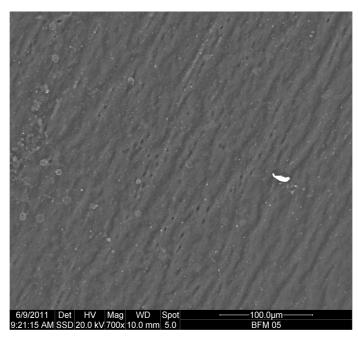


Figura 200. Análisis de SEM de las membranas antiguas a resolución de 100µm (detalle 1).

Haciendo una caracterización de componentes EDX se encontró hierro, cromo y níquel, metales que pueden ser las responsables del deterioro de membrana haciendo disminuir la recuperación de la permeabilidad (Figura 201). También se encontró sílice, atribuido a formaciones calcáreas (Figura 202).

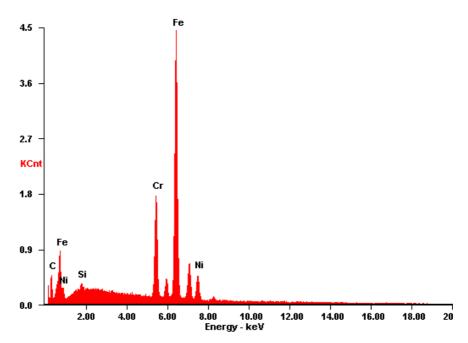


Figura 201. Análisis EDX de las membranas antiguas (detalle 1).

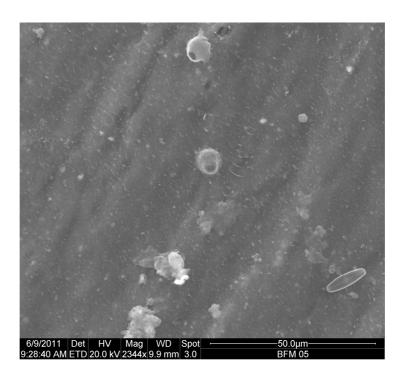


Figura 202. Análisis de SEM de la superficie de las membranas antiguas a resolución de 50µm (detalle 2).

Para ahondar más en el porqué de la disminución de rendimiento de recuperación de la permeabilidad y disminución de eliminación de patógenos se hizo SEM/EDX de la parte interna (Figura 203), donde se encontró gran cantidad de materia orgánica y a las membranas deshilachadas.

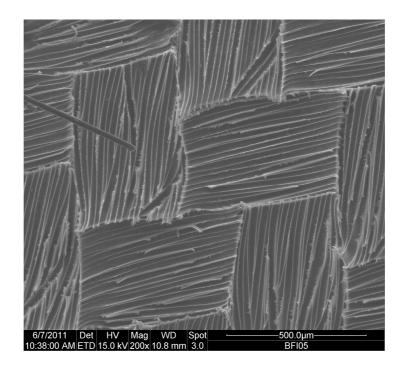


Figura 203. Análisis de SEM del interior de las membranas antiguas a resolución de $500\mu m$.

A mayor resolución se puede observar como las membranas presentan una estructura de poros de tamaño aleatorio, esta es la configuración típica de este tipo de membranas (Figura 204).

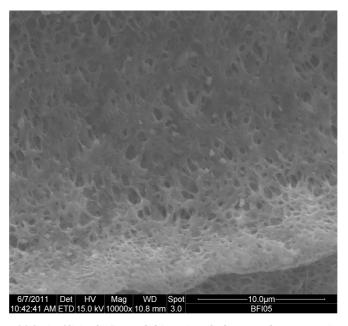


Figura 204. Análisis de SEM del interior de las membranas antiguas a resolución de $10\mu m$.

Para comprobar si la materia orgánica se elimina después de limpieza química y mantenimiento de la integridad se hizo SEM después de limpieza química. En la Figura 205 se observa como ya no existe suciedad de tipo orgánica, pero si se siguen observando puntos luminosos y grandes agujeros. No se observa ningún deterioro no percibido antes de la limpieza química, por lo que dicha limpieza no influyó significativamente en la estructura de la membrana.

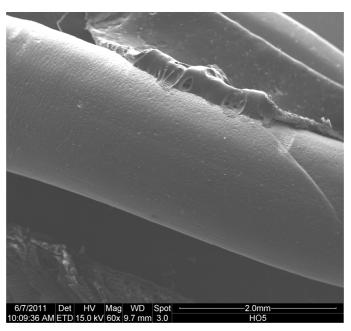


Figura 205. Análisis de SEM de la superficie de las membranas antiguas después de limpieza química a resolución de 2µm.

Aumentando la resolución encontramos deformaciones de la membrana (Figura 206) y restos de formaciones calcáreas de microorganismos de naturaleza no orgánica (Figura 207).

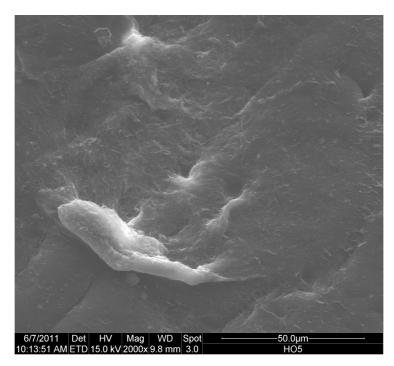


Figura 206. Análisis de SEM de la superficie de las membranas antiguas después de limpieza química a resolución de 50µm.

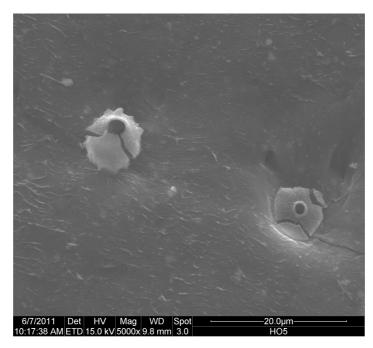


Figura 207. Análisis de SEM de la superficie de las membranas antiguas después de limpieza química a resolución de 20µm.

Para ahondar más en la recuperación de la membrana después de la limpieza química se hizo SEM/EDX del interior de la membrana después de la limpieza química, encontrándose gran cantidad de materia orgánica en el interior, responsable de la disminución de recuperación de permeabilidad por ensuciamiento interno (Figura 208).

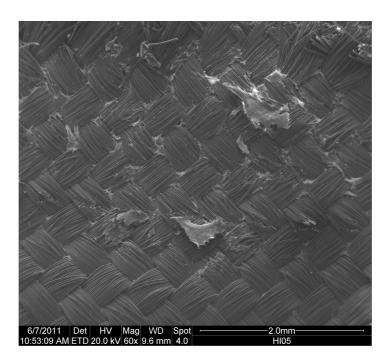


Figura 208. Análisis de SEM del interior de las membranas antiguas después de limpieza química a resolución de 2µm.

Finalmente se realizó SEM/EDX de la membrana después de limpieza química con cítrico, en la Figura 209 se puede ver la superficie de la membrana donde se aprecian claramente roturas y moléculas pesadas, pero no materia orgánica de ningún tipo. También se observa que aunque existen puntos luminosos el número es menor que después de la limpieza química simple con hipoclorito sódico.

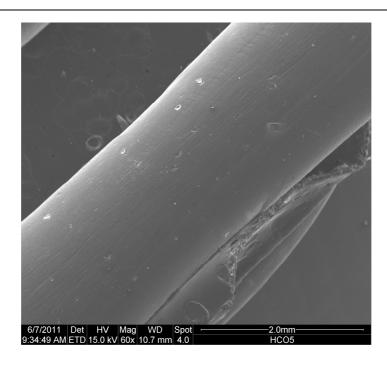


Figura 209. Análisis de SEM de la superficie de las membranas antiguas después de limpieza química con cítrico a resolución de 2µm.

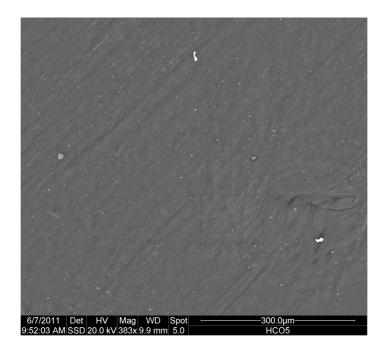


Figura 210. Análisis de SEM de la superficie de las membranas antiguas después de limpieza química con cítrico a resolución de 300µm.

Aumentando la resolución se aprecia perfectamente que siguen apareciendo poros y que ya no existe materia orgánica, pero si alta acumulación de puntos

luminosos (Figura 210). El EDX de la partícula brillante confirma que se trata de una acumulación de tipo metálico (Figura 211)

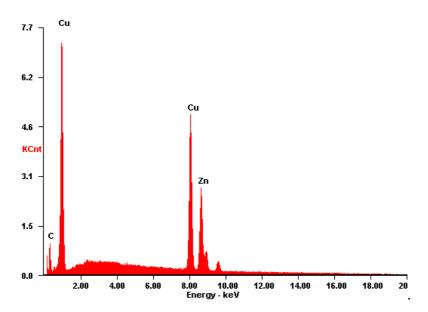


Figura 211. Análisis EDX de las membranas antiguas (detalle 2).

Para asegurarnos de que no exista materia orgánica se realizó un EDX del total de la superficie donde se encontró carbono y flúor atribuido a la composición de la membrana, y aluminio y una nube de detección en la zona de metales atribuido a los metales observados (Figura 212)

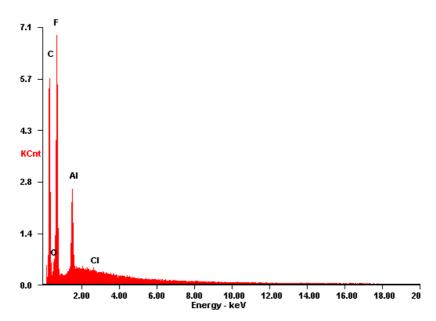


Figura 212. Análisis EDX de las membranas antiguas (detalle 3).

Para ahondar más en el estudio de la recuperación de la membrana después de la limpieza química se hizo SEM/EDX del interior de la membrana después de la limpieza química, encontrándose gran cantidad de materia orgánica en el interior, responsable de la disminución de recuperación de permeabilidad por ensuciamiento interno (Figura 213).

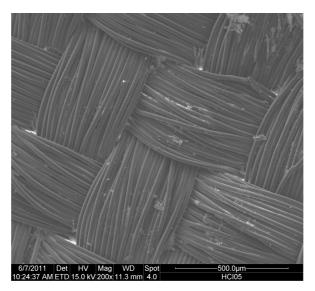


Figura 213. Análisis de SEM del interior de las membranas antiguas después de limpieza química con cítrico a resolución de 500µm.

5.8. ANÁLISIS Y DISCUSIÓN DE RESULTADOS

5.8.1. Efectos de los tiempos de retención hidráulicos, de la temperatura y de la concentración de MLSS en la calidad del efluente en el biorreactor de membrana

En este apartado de la presente investigación se pretende cuantificar la eficiencia de depuración atendiendo a distintos parámetros de interés, entre ellos la eliminación de materia orgánica, tanto en forma de DQO como en forma de DBO₅, y la eliminación de sólidos en suspensión, atendiendo a los sólidos en suspensión en el licor mezcla durante la fase de estado estacionario al tiempo de retención hidráulico y a la temperatura.

Las condiciones medias de experimentación, dispuestas en los seis experimentos, de sólidos en suspensión en el licor mezcla (MLSS), al tiempo de

retención hidráulico (TRH), tiempo de retención celular (TRC) y temperatura se muestran en la Tabla 28.

Tabla 28. Condiciones experimentales de MLSS, TRH, TRC, viscosidad y temperatura de los distintos experimentos realizados.

Experimento	MLSS, mg/L	TRH, h	TRC, días	Viscosidad, Cps	Ta, °C
EXP 1	4.300	18	19	4,5	14
EXP 2	4.559	18	149	4,0	26
EXP 3	10.275	18	84	24,0	13
EXP 4	4.017	12	14	5,1	16
EXP 5	7.873	12	42	11,2	23
EXP 6	11.192	12	45	18,8	17

Los resultados medios se expondrán en las siguientes tablas. En la Tabla 29 se pueden ver pormenorizados por experimentos los valores de DQO, DBO₅ y sólidos en suspensión del influente medio durante la fase en estado estacionario y en la Tabla 29 se pueden ver pormenorizados por experimentos los mismos parámetros del efluente medio durante la fase en estado estacionario.

Tabla 29. Características físico-químicas medias (DQO, DBO₅ y SS) del influente para las distintas condiciones estudiadas en estado estacionario.

Experimento	DQO _i ,	DBO _{5i} ,	SS _i , mg/L
	mgO ₂ /L	mgO ₂ /L	
EXP 1	531,3	377,3	147,6
EXP 2	566,7	334,3	118,8
EXP 3	567,0	376,2	143,2
EXP 4	373,9	339,4	123,1
EXP 5	429,0	402,9	114,7
EXP 6	416,8	374,2	139,1

Tabla 30. Características físico-químicas medias (DQO, DBO₅ y SS) del efluente y rendimientos de eliminación para las distintas condiciones estudiadas en estado estacionario cuando se usó oxígeno puro y aire.

Experimento	DQO _e ,	% DQO,	% DQO,	DBO _{5e} ,	% DBO ₅ ,	% DBO ₅ ,	SS _e ,	% SS,	% SS,
	mgO ₂ /L	oxígeno	aire	mgO_2/L	oxígeno	aire	mg/L	oxígeno	aire
		puro			puro			puro	
EXP 1	23,5	98,6	-	9,4	97,5	-	3,0	98,0	-
EXP 2	23,7	95,8	-	9,2	97,2	-	3,7	97,8	-
EXP 3	37,5	93,4	87,0	11,9	96,8	96,6	3,0	98,3	97,0
EXP 4	31,9	91,5	92,0	12,3	96,4	91,8	1,9	98,5	98,2
EXP 5	22,1	95,0	94,2	9,9	97,6	97,3	2,6	97,8	97,6
EXP 6	34,5	92,0	91,4	7,0	98,0	97,1	2,3	98,3	98,1
EXP 6	34,5	92,0	91,4	7,0	98,0	97,1	2,3	98,3	

La eficiencia se calculó como porcentaje de eliminación de cada parámetro. Se tomaron los datos de operación en estado estacionario, es decir, cuando se aplicó un caudal de purga para mantener los sólidos en suspensión en el licor mezcla constantes.

La eficiencia siempre estuvo por encima del 90%, salvo en el experimento 3 cuando se usó aire en el caso de eliminación de materia orgánica en forma de DQO, y cabe remarcar la gran capacidad de eliminación de materia orgánica que tiene el proceso de biorreactores de membrana, eficiencia observada desde el principio de los seis experimentos, debido a que se trata de un proceso de filtrado que elimina directamente la materia orgánica en suspensión en el agua de salida.

Los valores de sólidos en suspensión del efluente dejan constancia de la alta eficiencia del sistema para eliminar materia orgánica, eficiencia que siempre estuvo por encima del 90%.

La comparación del experimento 1 con el experimento 4 tiene como variable el TRH bajando un tercio pudiendo considerar constantes el resto de variables, lo que indica que a una concentración de MLSS en torno a los 4.300 mg/L los rendimientos de eliminación de materia orgánica en forma de DQO disminuye aproximadamente un 4% y algo más de un 1% en la eliminación de

materia orgánica en forma de DBO₅ permaneciendo sin influencia la eliminación de SS dado que se trata de un proceso de eliminación físico.

El oxígeno puro amortigua el efecto del cambio de variables, salvo el cambio de TRH, en los rendimientos de la eliminación de materia orgánica en forma de DQO y de DBO₅. Además el rendimiento de eliminación de materia orgánica en forma de DQO y de DBO₅ fueron mayores cuando se usó oxígeno puro en vez de aire, salvo en el experimento 4, donde fueron prácticamente iguales para el caso de eliminación de materia orgánica en forma de DQO.

En la comparación del experimento 3 y 6 influye de igual forma el tercio de disminución del TRH en un 1,5% la DQO, no detectándose una influencia significativa en el rendimiento de la DBO₅ por estar en la parte máxima asintótica de rendimiento de eliminación. Además, en este caso también, el oxígeno puro amortigua el efecto del cambio de variables en los rendimientos de la eliminación de materia orgánica en forma de DQO y de DBO₅.

En las condiciones estudiadas, con semejantes concentraciones de MLSS la disminución del TRH disminuye notablemente los rendimientos de eliminación de materia orgánica sin atender a la temperatura ni TRC.

Atendiendo a la viscosidad, interesa trabajar en concentraciones de viscosidad lo más bajas posibles para evitar sobrecostes en la aireación del sistema, a partir de viscosidades de 5,1 Cps en las condiciones de operación estudiadas se obtenían altos rendimientos de eliminación de materia orgánica, cumpliendo con la legislación vigente.

Estas altas eficiencias obtenidas están en concordancia con las obtenidas por otros resultados obtenidos por otros autores que usaron la tecnología de biorreactores de membrana para el tratamiento de aguas residuales (Khan *et al.*, 2011, Monclús *et al.*, 2010, Bolzonella *et al.*, 2010, Bracklow *et al.*, 2010).

A continuación se procederá a realizar un análisis estadístico de los rendimientos de eliminación para estudiar el efecto del cambio de temperatura y TRC; se utilizará para ello el procedimiento ANOVA de un factor para ver si existen diferencias significativas entre los rendimientos de eliminación de DBO₅ y de DQO, tanto para los distintos tiempos de retención hidráulicos, como para las diferentes temperaturas estudiadas y los distintos MLSS ensayados. Para el estudio se tomaron las temperaturas medias de todos los días en estado estacionario.

El procedimiento de comparaciones múltiples de ANOVA de un factor genera un análisis de varianza de un factor para una variable dependiente cuantitativa respecto a una única variable de factor (la variable independiente). El análisis de varianza se utiliza para contrastar la hipótesis de que varias medias son iguales. Esta técnica se basa en la prueba t para dos muestras. Además de determinar que existen diferencias entre las medias, es posible observar qué medias difieren

La Tabla 31 muestra la ANOVA para el análisis de los distintos tiempos de retención hidráulicos, concentración de sólidos en suspensión en el licor mezcla y temperaturas medias a lo largo de la investigación, este análisis se ha realizado para un intervalo de confianza del 95%.

Tabla 31. Comparaciones múltiples mediante procedimiento ANOVA de los tiempos de retención hidráulico, sólidos en suspensión en el licor mezcla y temperatura de todos los experimentos.

Variable dependiente	Variable independiente	p-valor
TRH		
	% eliminación DQO	0,56
	% eliminación DBO ₅	0,19
MLSS		
	% eliminación DQO	0,28
	% eliminación DBO ₅	0,33
T		
	% eliminación DQO	0,59
	% eliminación DBO ₅	0,49

Con los resultados obtenidos de las comparaciones de los rendimientos para la DBO₅ y la DQO no existen diferencias significativas entre las distintas variables dependientes, ni entre las distintas variables dependientes y los rendimientos. Si se observa una mayor influencia de la temperatura en dichos rendimientos.

Si el agua residual necesitara ser reutilizada, se observa cómo se consigue una práctica eliminación de la materia orgánica para TRH de 12 y 18 h para cualquiera de las concentraciones de MLSS estudiadas. Además, cabe destacar que al trabajar a concentraciones de sólidos en suspensión por encima de 7.500 mg/L empezaron a aparecer problemas operacionales como eran el ensuciamiento rápido los medidores de nivel, aparición de espumas superficiales en el reactor biológico y el incremento en el consumo del aire cuando se incrementaba la concentración de MLSS.

Después del análisis de resultado se puede asegurar que es mejor trabajar con concentración de MLSS medios y con bajos TRH en las condiciones estudiadas. Los MLSS más idóneos de trabajo estaría en torno a los 7.500 mg/L y temperatura en torno a los 18-20°C.

Ejemplos de resultados obtenidos por otros investigadores son experimentos que tienen un rendimiento en la eliminación de DQO del 95%, del 97% de nitrógeno amónico y 100% de sólidos en suspensión. (Xing *et al.*, 2000, 2001). Otro experimento utilizando fibra hueca de tamaño de poro 0,1 micras en un tanque aireado sumergido la eliminación de DQO fue alta, entre el 95 y 97%. (Bouhabila *et al.*, 2001). Algunos alcanzan el 99,9% para la DQO, DBO₅ y amonio. (Mohammed *et al.*, 2008). Por lo tanto se puede asegurar que estos sistemas tienen una alta eficiencia de eliminación de agentes perjudiciales de las aguas residuales, haciéndo a estos sistemas totalmente aceptables para el tratamiento de aguas residuales.

Aparte de la eliminación de la materia orgánica ampliamente comentada anteriormente, otros parámetros que afectan a la calidad del agua de salida del sistema de biorreactores de membrana y que han sido estudiados a lo largo del presente trabajo de investigación son la eliminación de *E.coli*. Como queda de

manifiesto a lo largo de la investigación, existe una eliminación prácticamente total de *E.coli*, sin que se pueda observar relación de esta eliminación con la influencia de los TRH, ni de la temperatura, ni de la concentración de MLSS.

Normalmente para alcanzar el rendimiento necesario para cumplir con la normativa vigente para la reutilización de las aguas residuales los tratamientos convencionales de fangos activos necesitan un tratamiento terciario del efluente, que traen consigo la generación de subproductos y sus altos costes (Zanetti *et al.*, 2010). Sin embargo La efectividad de eliminación de bacterias por partes de los sistemas de biorreactores de membrana ha sido ampliamente demostrada como en esta investigación (Ottoson *et al.*, 2006; Wong *et al.*, 2009; Zhang y Farhbakhsh, 2007). En algunos casos la eliminación se ha mostrado del 100% (Arrojo *et al.*, 2005) similar a lo que ocurre en el presente trabajo debido a que se han estado utilizando membranas de ultrafiltración con tamaño de poro de 0,04 µm., aunque a veces se han detectado *E.coli* a la salida del BRM tras las limpieza química o tras pérdida de integridad de la membrana, hecho que no es ajeno a esta investigación, pero que se puede considerar normal (Marti *et al.*, 2011).

En relación con la presencia de heterótrofos (indicador de anomalías en la microbiología) se observa que se mantienen constantes en el influente a lo largo de toda la investigación de fondo, (Figura 52, Figura 85, Figura 110, Figura 135, Figura 162 y Figura 189), siempre próximo el número de heterótrofos al de coliformes fecales y totales.

5.8.2. Análisis de permeabilidad e integridad de los módulos de membrana de fibra hueca.

Esta fase de la investigación se ha centrado en el estudio de la membrana, para ver cómo se vio afectado el módulo de membranas por el ensuciamiento y cómo afecta éste a la recuperación de la permeabilidad tras las limpiezas químicas y contralayado.

Para ver cómo se recupera la membrana tras el ensuciamiento mediante limpiezas químicas, se utiliza el concepto de recuperación de la permeabilidad (Ecuación 11).

Además, para finalizar el estudio se hicieron unos análisis por SEM (Scanning Electron Microscopy), para ver el grado de deterioro de las distintas partes del módulo de membrana.

5.8.2.1. Análisis de permeabilidad.

En este apartado se procede a la exposición de los resultados de recuperación de permeabilidad obtenidos durante todos los experimentos.

Primeramente se exponen los porcentajes de recuperación medios obtenidos en estado estacionario durante los experimentos para las limpiezas de contralavado. Dichos resultados se encuentran recogidos en la Tabla 32.

Tabla 32. Porcentaje de recuperación de permeabilidad medio del contralavado para cada experimento durante la investigación de fondo.

Experimento	Caudal,	Superficie,	MLSS,	Viscosidad,	% Recuperación de
	L/h	m^2	mg/L	Cps	permeabilidad tras
					contralavado
EXP 1	24,8	1,86	4.300	4,5	17,2
EXP 2	24,8	1,86	4.559	4,0	27,7
EXP 3	24,8	1,86	10.275	24,0	27,1
EXP 4	37,2	2,79	4.017	5,1	66,6
EXP 5	37,2	2,79	7.873	11,2	57,5
EXP 6	37,2	2,79	11.192	18,8	25,3

También se obtuvo el rendimiento de recuperación de permeabilidad todos los días que se hizo necesario una limpieza química ya que la presión transmembrana superaba los límites de seguridad marcados por el fabricante.

En la Tabla 33 se muestran los valores de caudal, superficie de filtración y porcentaje de recuperación medio para cada experimento.

Tabla 33. Porcentaje de recuperación de permeabilidad de las limpiezas químicas para cada experimento durante la investigación de fondo.

Experimento	Caudal,	Superficie,	MLSS, mg/L	% Recuperación de
	L/h	m^2		permeabilidad media tras
				limpieza química
EXP 1	24,8	1,86	4.300	21,6
EXP 2	24,8	1,86	4.559	31,9
EXP 3	24,8	1,86	10.275	17,2
EXP 4	37,2	2,79	4.017	69,7
EXP 5	37,2	2,79	7.873	61,2
EXP 6	37,2	2,79	11.192	47,2

La viscosidad está relacionada con los MLSS exponencialmente (Figura 214). En la Figura 214 se muestran los porcentajes de recuperación tras contralavado y tras limpieza química con respecto a la concentración de MLSS y viscosidad con los respectivos coeficientes de regresión. Comparando los datos del experimento 4, 5 y 6 donde se dio un comportamiento regular debido al cambio de membranas, la viscosidad mostró un mayor grado de correlación con el porcentaje de recuperación de la membrana tras el contralavado y tras la limpieza química.

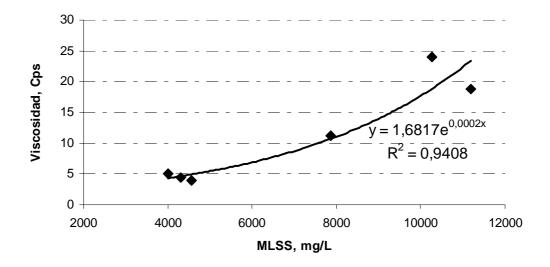


Figura 214. Concentración de MLSS frente a la viscosidad en los experimentos 1, 2, 3, 4, 5 y 6..

Después de estudiar los datos se puede concluir que el aumento de la viscosidad influye negativamente en el comportamiento de las membranas, a mayor viscosidad la recuperación de la membrana fue menor después del contralavado y después de la limpieza química, pasando de un porcentaje de recuperación del 66,6% al 25,3% en el caso del contralavado y del 69,7% al 47,2% en el caso de la limpieza química, cuando la viscosidad aumentó del 5,1 al 18,8 Cps.

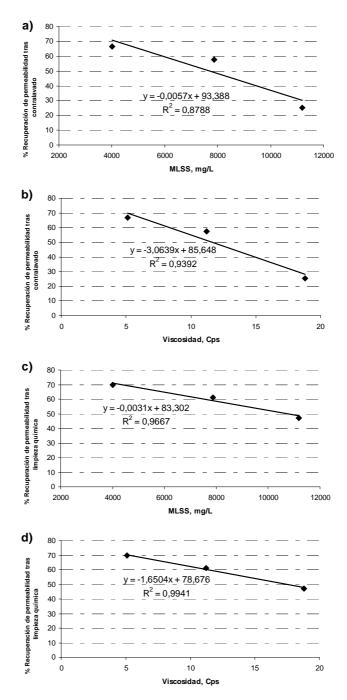


Figura 215. % recuperación en el experimento 4, 5 y 6, a) tras contralavado frente a MLSS, b) tras contralavado frente a viscosidad, c) tras limpieza química frente a MLSS, d) tras limpieza química frente a viscosidad

5.8.3. Estudio de la influencia de la carga hidráulica y viscosidad en el ensuciamiento de la membrana mediante análisis de la distribución y tamaño de partículas en el permeado del biorreactor de membrana

En este apartado se analizarán los datos de recuperación de la membrana con las sucesivas limpiezas químicas que se hicieron necesarias para no sobrepasar la presión máxima recomendad por el fabricante.

Como se definió anteriormente la recuperación de la permeabilidad se puede expresar mediante la Ecuación 11. Esta expresión da una idea de cómo recupera la permeabilidad la membrana tras la limpieza química.

En la Figura 216 están reflejadas las recuperaciones después de las limpiezas químicas. En ella se puede apreciar como una correlación de aumento de disminución de la recuperación cuando aumentó la viscosidad, constatándose así las dificultades de limpieza cuando aumenta la viscosidad. Así mismo cabe resaltar que existen dos rectas de regresión, una cuando las membranas eran nuevas y las otras después de un uso intensivo, con lo que se puede constatar el deterioro en la recuperación de las membranas con uso anterior.

En dicha figura se puede apreciar como, una vez cambiadas las membranas y aumentado el número, los porcentajes de recuperación fueron mucho mayores asegurando la eficiencia de la limpieza química para mantener la presión por debajo del límite marcado por el fabricante.

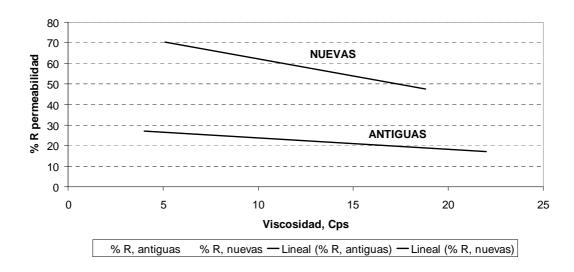


Figura 216. Comparación entre porcentajes de recuperación de permeabilidad después de limpieza química respecto a la viscosidad, usando oxígeno puro y aire durante la investigación de fondo, diferenciando entre las membranas nuevas y antiguas.

En contra de la información técnica suministrada por el fabricante el tiempo efectivo de uso de la membrana fue de seis años al apreciarse una baja recuperación de la membrana después de dicho tiempo de operación. A viscosidades intermedias (10-15 Cps) la recuperación fue un 40% superior en el caso de las nuevas frente a las antiguas.

La recuperación es mayor conforme aumenta la permeabilidad inicial, hecho totalmente lógico ya que debido al desgaste de las membranas los requerimientos de limpieza se hacen mayores conforme la situación inicial de limpieza se haga más desfavorable.

Este hecho se aprecia en la Figura 217, donde están representados los porcentajes de recuperación de permeabilidad de la membrana frente a la permeabilidad inicial. Se observa cierta linealidad y como aumenta el rendimiento conforme aumenta la permeabilidad inicial.

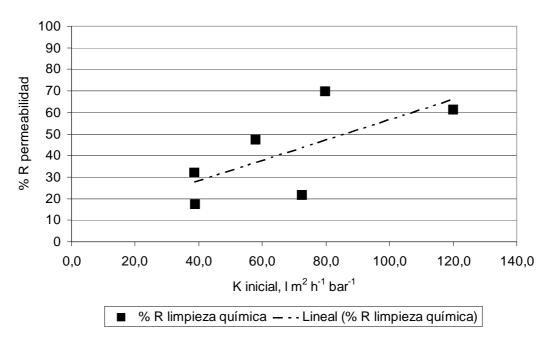


Figura 217. Recuperación de permeabilidad después de limpieza química en función de la permeabilidad inicial cuando se usó oxígeno puro y aire durante la investigación de fondo.

La disminución brusca de permeabilidad inicial en el experimento 3 pudo deberse al desgaste normal de las membranas o a pérdidas de permeabilidad por ensuciamiento interno debido a que la membrana estuviese dañada corroborado por los análisis SEM (Figura 209 y Figura 210) y los de SEM/EDX (Figura 211 y Figura 212). En estos últimos se ve que el causante del deterioro de las membranas fueron componentes metálicos que rayaron y provocaron microfisuras en la superficie de la membrana.

Por lo tanto, con los datos obtenidos anteriormente se pone de manifiesto la gran importancia que tiene el que no se dañe la membrana en ningún punto de la superficie ya que puede dar lugar a ensuciamientos internos que den problemas de disminución de eliminación de patógenos, disminución de recuperación de permeabilidad.

También se puede extraer la conclusión de que la capacidad de recuperación de la membrana está en función de la permeabilidad inicial, en consecuencia cuando el módulo se encuentra muy sucio disminuye drásticamente la capacidad de recuperar la permeabilidad debido a ensuciamientos irrecuperables en la membrana,

que hacen que la vida útil del módulo disminuya, tanto por ser dañado por partículas como por el consecuente mal funcionamiento posterior.

En consecuencia a lo anteriormente comentado, se pone de manifiesto la gran necesidad de pretratamientos muy eficaces en la tecnología de los biorreactores de membrana para así aumentar la vida útil de las membranas.

5.8.4. Influencia de los tiempos de retención celular y la temperatura en la digestión y producción de fangos en el biorreactor de membrana.

En este apartado se analizará la producción de fangos que ha tenido lugar en los seis experimentos de la investigación de fondo. Este estudio estará referido sólo a los estados estacionarios correspondientes a cada experimento cuando se usó oxígeno puro para aportar las condiciones óxicas al sistema.

Como se ha descrito anteriormente, se ha trabajado con distintos tiempos de retención hidráulicos (Tabla 28); esto, a su vez, al ser el volumen del reactor constante, hizo que al disminuir el tiempo de retención hidráulico se aumentase el caudal a tratar, por lo tanto la acumulación de biomasa en el reactor biológico aumentó de forma más rápida. Dependiendo de la concentración de los MLSS a la que se pretendía trabajar se realizaba una purga que venía marcada por la puesta en marcha de cada experimento.

Esta purga se realizaba aplicando un balance de materia total al sistema de biorreactores de membrana durante la puesta en marcha viendo experimentalmente como se acumulaban los sólidos. A partir de ahí, en función de la acumulación calculada empíricamente, se realizaba una purga para mantener la concentración de MLSS constante en los valores establecidos previamente para cada experimento; al ser la purga de fangos constante la concentración de MLSS se estabilizará aproximadamente en el valor requerido previamente, ya que teniendo en cuenta que para un experimento las condiciones eran constantes, la producción de fango tenía que ser aproximadamente constante.

Para el cálculo del tiempo de retención celular de forma experimental se consideraba que la planta trabajaba a una concentración de MLSS media constante realizando una purga constante diariamente del fango, como se indica en la Tabla 34. Esta purga se mantiene a lo largo del experimento estabilizándose la concentración de MLSS dependiendo del caudal retirado.

Por lo tanto se puede calcular experimentalmente el tiempo de retención celular medio (TRC) mediante la Ecuación 47:

$$TRC = \frac{V}{Q_n} \tag{47}$$

Donde:

V – Volumen del reactor biológico.

Q_p – Caudal de purga del reactor biológico

Sólo se considera este tiempo de retención celular medio como el calculado durante el estado estacionario. Además se puede calcular la cantidad de fango de entrada en el reactor biológico con un balance de materia total a la entrada del reactor de la siguiente manera (Ecuación 48):

Fango de entrada =
$$Q_e * SS_e$$
 (48)

Donde:

Q_e – Caudal de entrada de agua residual al biorreactor

 SS_{e} — Concentración de sólidos en suspensión media a la entrada del biorreactor de membranas.

Se calcula también el fango producido experimentalmente de la siguiente forma (se desprecia la salida de sólidos en suspensión en el efluente) (Ecuación 49):

Fango Producido =
$$Q_p*MLSS$$
 (49)

Donde:

Q_p – Caudal de purga en el biorreactor.

MLSS – Concentración de sólidos en suspensión media en el biorreactor.

Y por lo tanto se puede calcular experimentalmente el fango eliminado en el proceso biológico debido al metabolismo microbiano de la siguiente manera:

Fango eliminado = Fango de entrada – Fango producido

El factor de fango eliminado es realmente importante ya que el fango es uno de los grandes problemas de las instalaciones de tratamiento de aguas residuales, por lo que siempre que sea viable económicamente interesan instalaciones que produzcan la menor cantidad de fangos. Además de ver la cantidad de fango producido en el proceso, otro factor interesante a tener en cuenta es el grado de estabilización con la que sale el fango del biorreactor, expresándolo como una relación entre los sólidos en suspensión en el reactor biológico y los sólidos en suspensión volátiles en el reactor biológico en tanto por ciento; con esto se puede ver el grado de estabilización del fango y la necesidad o no de un tratamiento del fango posterior al reactor biológico para estabilizarlo.

La Tabla 34 muestra las concentraciones medias de los distintos parámetros comentados anteriormente para cada uno de los experimentos, teniendo en cuenta que para el cálculo de la relación de MLSSV/MLSS sólo se contabilizaron los último siete días de cada experimento por considerar que estos se encuentran en el estado estacionario de la instalación y ser lo que realmente son significativos.

Tabla 34. Parámetros de caracterización del fango del proceso de biorreactores de membrana de los seis experimentos cuando se usó oxígeno puro.

Experimento	MLSS,	Ta,	% MLSSV/MLSS	SSe,	Qe,	Qp,	TRC,
	mg/L	°C		mg/L	L/h	L/h	días
1	4.300	14	82,9	175	24,8	23,7	19
2	4.559	26	78,6	132	24,8	3,0	149
3	10.275	13	85,3	158	24,8	5,2	84
4	4.017	16	88,6	146	37,2	32,0	14
5	7.873	23	89,7	127	37,2	10,6	42
6	11.192	17	84,4	148	37,2	10,0	45

En la Tabla 35 se muestran los valores de fango producido, de fango de entrada y eliminado en cada uno de los experimentos.

Tabla 35. Parámetros de caracterización del fango del proceso de biorreactores de membrana de los seis experimentos.

Experimento	TRH,	MLSS,	Ta,	Fango entrada,	Fango producido,	Fango eliminado,
	días	mg/L	° C	mg/día	mg/día	mg/día
1	18	4.300	14	4.354	4.260	87
2	18	4.559	26	3.278	569	2.708
3	18	10.275	13	3.923	2.264	1.658
4	12	4.017	16	5.438	5.356	81
5	12	7.873	23	4.730	3.477	1.253
6	12	11.192	17	5.513	4.663	849

Como se puede observar en la Tabla 34 y Tabla 35, el TRH, TRC, temperatura y MLSS están íntimamente interrelacionados y condicionan la cantidad de fango eliminado.

Como también puede observarse en la Figura 218, los fangos eliminados (diferencia entre el fango de entrada y de salida) incrementan con la temperatura. En dicha Figura se puede observar la gran influencia de la temperatura en el sistema de biorreactores de membranas.

En este análisis ha sido retirado el punto de menor temperatura, el correspondiente al experimento 3 debido a que hubo problemas por lo que si hizo

necesario limpiezas químicas con frecuencia y los puntos se demarcan de la tendencia.

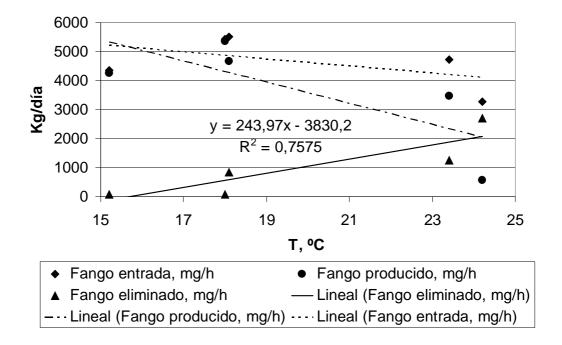


Figura 218. Tratamiento matemático de la influencia de la temperatura en la eliminación de fango cuando se usó oxígeno puro.

Para estudiar cómo afecta la temperatura al tiempo de retención celular (TRC) se aplicará la definición de TRC_{teórico}, que es el tiempo de retención celular calculado para mantener constante la concentración de biomasa en el reactor biológico sin tener en cuenta la eliminación de biomasa en el biorreactor, es decir, el tiempo necesario para mantener el fango en el biorreactor a unas concentraciones determinadas de MLSS teniendo sólo en cuenta el fango acumulado en la entrada.

Por lo tanto el $TRC_{teórico}$ se puede calcular de la siguiente forma (Ecuación 50):

$$TRC_{te\acute{o}ric} = \frac{V_{reactor}}{Qp_{te\acute{o}rico}} = \frac{V_{reactor}}{\underbrace{Qe \cdot SSe}}_{MLSS} = \frac{V_{reactor} \cdot MLSS}{Qe \cdot SSe}$$
(50)

Siendo:

TRC_{teórico} – Tiempo de retención celular teórico

V_{reactor} – Volumen del reactor biológico

MLSS – Concentración de sólidos en suspensión del reactor biológico a la que se va a trabajar en el estado estacionario.

Qe – Caudal de entrada al biorreactor.

SSe – Concentración de sólidos en suspensión a la entrada del biorreactor.

Comparando el TRC_{teórico} calculado con los datos de la Tabla 34 con el experimental que aparece en la misma tabla, se observa en la Figura 219 cómo se ve afectado la diferencia entre el TRC experimental y el TRC teórico con la temperatura; es decir, debido al efecto de la temperatura se incrementa el TRC experimental, debido al metabolismo microbiano dado que la materia asimilada queda completamente oxidada (Ronzano y Dapena, 2002). Algunos de los puntos se salieron de la tendencia, por lo que no fueron representados en la Figura.

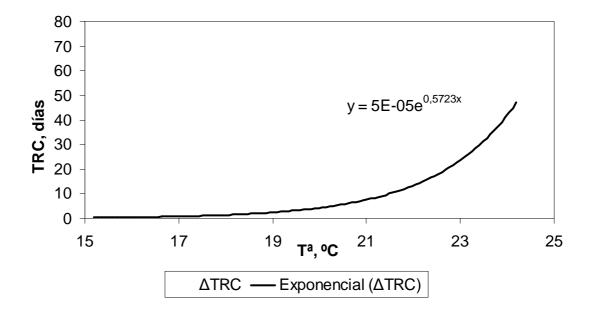


Figura 219. Relación experimental existente entre el TRC teórico y el TRC experimental en función de la temperatura cuando se usó oxígeno puro.

Haciendo un ajuste exponencial a los datos de la diferencia del TRC_{teórico} y del TRC_{experimental} frente a la temperatura queda la siguiente expresión (Ecuación 51):

$$TRC_{\text{exp }erimental} - TRC_{te\acute{o}rico} = 5E - 05e^{0.5723 \cdot T^{a}}$$
 (51)

Siendo:

TRC – Tiempo de retención celular en días.

T^a – Temperatura en ° C

Esta ecuación nos dice que con temperaturas menores a 15° C no existen diferencias significativas entre los tiempos de retención celular teórico y experimental.

Una vez estudiado cómo se desvía el TRC experimental del teórico, se representa en la Figura 220 el rendimiento de eliminación de fango que se ha dado en los distintos experimentos considerados frente al tiempo de retención experimental.

Se entiendo como rendimiento de fango eliminado (Ecuación 52):

$$\eta_{fangoe\ \text{lim}\ nado} = \frac{Fango_{entrada} - Fango_{producido}}{Fango_{entrada}} = \frac{Qe \cdot SSe - Qp \cdot MLSS}{Qe \cdot SSe} \quad (52)$$

Siendo:

Qp – Caudal de purga.

MLSS – Concentración de sólidos en suspensión del reactor biológico a la que se va a trabajar en el estado estacionario.

Qe – Caudal de entrada al biorreactor.

SSe – concentración de sólidos en suspensión a la entrada del biorreactor.

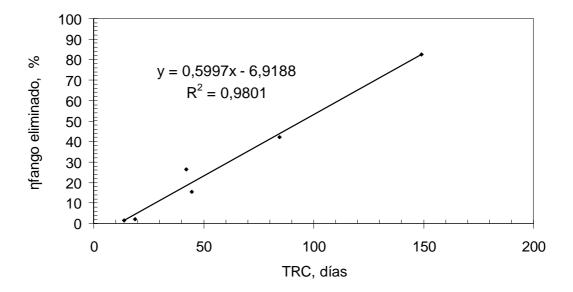


Figura 220. Eficiencia de eliminación de fangos frente a TRC cuando se usó oxígeno puro.

Luego el incremento de temperatura es directamente proporcional al rendimiento de fango eliminado ya que afecta de forma exponencial al TRC lo que se ratifica en que el aumento del TRC consigue una mayor digestión de fangos.

Se observa que existe una relación lineal entre el rendimiento de eliminación de fango y el tiempo de retención celular, quedando la expresión expresada en tanto por uno de la siguiente manera (Ecuación 53):

$$\eta_{fange \ lim \ inado} = 0,5997 \cdot TRC_{exp \ erimental} - 6,9188 \tag{53}$$

Despejando de la ecuación que relaciona el tiempo de retención celular experimental y teórico se puede despejar el tiempo de retención celular experimental, y sustituyendo la definición en la ecuación del rendimiento de eliminación se obtiene el rendimiento de eliminación de fango en función del tiempo de retención celular teórico en función de los parámetros operacionales teniendo en cuenta la definición de tiempo de retención celular teórico (Ecuación 54):

$$\eta_{fangoe \ \text{lim inado}} = -6,9188 + 0,5997 \cdot \left(0,0000505 \cdot e^{0,5723 \cdot T^{a}} + \frac{V_{reactor} \cdot MLSS}{Qe \cdot SSe}\right) (54)$$

Sustituyendo en la expresión del rendimiento de fango y desarrollándola queda una ecuación de diseño con la cual se puede calcular el fango que produciría un reactor biológico de membrana en función de la temperatura, de los MLSS a los que se pretenda trabajar, del caudal de entrada y de los sólidos en suspensión a la entrada para aguas residuales urbanas (Ecuación 55):

$$F_{angoproducido} = Qe \cdot SSe \cdot \left(1 - \frac{\eta_{fangoe \ lim \ inado}}{100}\right)$$
 (55)

Siendo el caudal de purga (Ecuación 56):

$$Qp = \frac{F_{angoproducido}}{MLSS} \tag{56}$$

En la Figura 221 se muestra una comparativa entre el caudal de purga y el fango producido calculado con la ecuación anterior y los que realmente se produjeron en la investigación. Se observa como la ecuación se ajusta muy bien a los datos experimentales

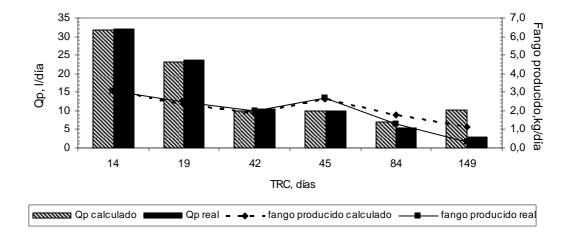


Figura 221. Comparativa del caudal de purga real y producción de fango real con los calculados a partir de la ecuación de caudal de purga obtenida cuando se usó oxígeno puro.

Se puede ver por la figura que ordenando los datos por tiempos de retención celular crecientes, los valores de fango producido calculado y real disminuyen conforme aumenta. También se puede observar por la gráfica como los fangos

producidos real y calculado se ajustan bastante bien hasta pasados el tiempo de retención celular de 45 días, donde empiezan a separarse.

Esta reducción de fango, según Ghyoot y Verstraete (1999), en los sistemas de biorreactores de membrana es de entre un 20 y un 30% menor que en los sistemas de fangos activos convencionales trabajando en condiciones similares de tiempo de retención celular debido al mayor incremento de predadores al trabajar a mayores concentraciones de sólidos en suspensión en el licor mezcla.

La baja producción de fangos a altos tiempos de retención celular está siendo últimamente uno de las condiciones de operación más estudiadas (Lubello *et al.*, 2009). El sistema estudiado de membrana sumergida ha demostrado una alta eliminación de fangos a altos tiempos de retención celular. Esta baja producción de fangos ha sido corroborada por otros investigadores como Wei *et al.* (2003) y Sun *et al.* (2007) que además señalan al sistema de membrana sumergida como una de las tecnologías de menor producción de fangos al trabajar a altos TRC. Comparándolo con investigaciones previas (Poyatos, 2007) se observa que la eliminación de fangos con oxígeno puro es mayor, estas investigaciones se hicieron con aire en condiciones similares de TRH de 12 h y MLSS de 7.660 mg/L, obteniéndose con oxígeno puro un aumento del rendimiento con un factor multiplicador del 1,4. En este mismo trabajo se trabajó con condiciones próximas a las de esta investigación con un TRH de 18 h y MLSS de 10.323 mg/L aumentando la eficacia trabajando con oxígeno puro un 50,5%.

Otro de los factores a tener en cuenta, además del fango producido en el reactor biológico, es lo estabilizado que sale el fango para comprobar si es necesario un tratamiento posterior del fango tras el tratamiento secundario realizado en el reactor biológico de membranas. En la Figura 222 se muestra la relación existente entre la edad del fango (TRC) en el reactor biológico y la relación de MLSSV/MLSS en tanto por ciento; cuanto menor es esta relación menor cantidad de sólidos volátiles existen en el reactor biológico, por lo que existirá menor cantidad de materia orgánica y más inerte y, por lo tanto, el fango estará más estabilizado.

En la Figura 222 se observa cómo, tras los distintos experimentos al aumentar la edad del fango, se tiende a una mayor estabilización del mismo, y se consiguen valores de 80% con tiempos de retención celular de 84 días. Este valor se podría considerar todavía alto para ser un fango estabilizado, pero se tiene que tener en cuenta que el fango existente a lo largo de la investigación es solamente fango biológico sin fango de tratamiento primario que normalmente tiene un porcentaje mayor en compuestos de naturaleza inorgánica; de ahí que cuando se considera un fango estabilizado se suela referir a fangos mixtos que son los procedentes tanto del reactor biológico como del decantador primario y éstos se suelen considerar estabilizados cuando la relación MLSSV/MLSS está en torno al 50-55%.

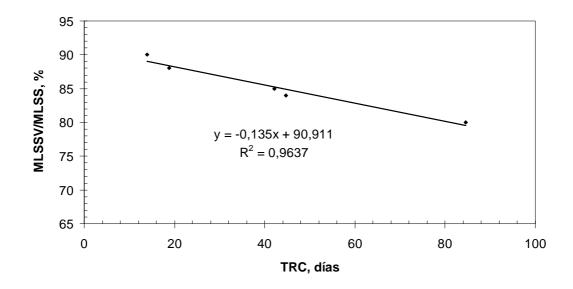


Figura 222. Relación de MLSSV/MLSS en función del TRC en todos los experimentos de la investigación de fondo cuando se uso oxígeno puro.

Existen muchas investigaciones que demuestran que la relación existente entre los MLSSV y los MLSS en los biorreactores de membrana es alta comparada con el proceso convencional de fangos activos. Por ejemplo, Xing *et al.* (2000) observaron en su investigación que la relación MLSSV/MLSS no disminuía en ningún momento por debajo del 60%.

Otra investigación donde se corrobora que en los procesos de biorreactores de membrana al trabajar a concentraciones de MLSS altas la relación MLSSV/MLSS es mayor que en los procesos de fangos activos es la de Pollice *et al*. (2008), donde tras operar con un biorreactor de membrana en concentraciones de

MLSS de hasta 20 g/L a altos tiempos de retención celular se estabilizó la relación de MLSSV/MLSS en torno al 75%, valor similar al obtenido en la presente investigación. Por lo que se puede tomar este valor de estabilización como el normal al trabajar a altas concentraciones de MLSS.

Con los resultados obtenidos se puede concluir que una de las ventajas de los biorreactores de membrana es la disminución de la cantidad de fangos con la consecuencia directa de una disminución de costes en la línea de fangos; esta disminución de fangos está íntimamente relacionada con el TRC con que se está trabajando; se obtiene, para edades del fango (TRC) por encima de 80 días, una reducción significativa en la producción se consigue un fango estabilizado y se logra un rendimiento de eliminación de fango del 85% para edades de fango de 150 días. Por lo tanto conviene diseñar el reactor biológico con el mayor tiempo de retención celular posible para reducir al máximo la línea de fangos. Si bien es cierto que no es normal trabajar a tan altos TRC, el trabajar con oxígeno puro, al aumentar la eficiencia de eliminación de fangos, nos lleva a trabajar a TRC efectivos mayores, obteniéndose con oxígeno puro una estabiliación del fango mayor.

5.8.5. Influencia del uso de oxígeno puro y aire en la digestión y producción de fangos en el biorreactor de membrana.

En el apartado anterior como se ha dicho, se ha hecho el estudio de la influencia de los tiempos de retención celular y temperatura en la digestión y producción de fangos en el biorreactor de membranas cuando se usó oxígeno puro para aportar las condiciones óxicas al sistema.

En este apartado se pretende cuantificar la eficiencia en eliminación de fangos cuando se usa aire en vez de oxígeno puro. Para ello primer se expondrán los resultados obtenidos cuando se usó aire para aportar las condiciones óxicas al sistema.

El cálculo de los parámetros de caracterización del fango del proceso de biorreactores de membrana se opera de la misma manera para este caso, cuando se usó aire, luego en la Tabla 36 aparecen los parámetros referidos sólo a los experimentos 4, 5 y 6 ya que fue cuando se instaló el sistema de aireación por aire.

Estos experimentos con aire se realizaron partiendo de las condiciones previas con oxígeno puro. Para el cálculo de la relación de MLSSV/MLSS sólo se contabilizaron los últimos siete días de cada experimento por considerar que estos se encuentran en el estado estacionario de la instalación y ser los que realmente son significativos.

Tabla 36. Parámetros de caracterización del fango del proceso de biorreactores de membrana de los seis experimentos cuando se usó aire.

Experimento	TRH,	MLSS,	Ta,	%, MLSSV/MLSS	SSe,	Qe,	Qp,	TRC,
	días	mg/L	° C		mg/L	L/h	L/h	días
4	12	4.017	13	89,1	130	37,2	32	14
5	12	7.873	26	82,9	98	37,2	3	149
6	12	11.192	22	85,2	155	37,2	14	32

En la Tabla 37 se muestran los valores de fango producido, de fango de entrada y eliminado en cada uno de los experimentos.

Tabla 37. Parámetros de caracterización del fango del proceso de biorreactores de membrana de los seis experimentos

Experimento	TRH,	MLSS,	T ^a ,	Fango entrada,	Fango producido,	Fango eliminado,
	días	mg/L	° C	mg/día	mg/día	mg/día
4	12	4.017	13	4.842	4.833	9
5	12	7.873	26	3.650	813	2.837
6	12	11.192	22	5.773	5.684	89

Como se puede observar en la Tabla 34 y Tabla 35, el TRH, TRC, temperatura y MLSS están íntimamente interrelacionados y condicionan la cantidad de fango eliminado.

Como también puede observarse en la Figura 223, los fangos eliminados (diferencia entre el fango de entrada y de salida) incrementan con la temperatura. En

dicha Figura se puede observar la gran influencia de la temperatura en el sistema de biorreactores de membranas al igual que en el caso de uso de oxígeno puro.

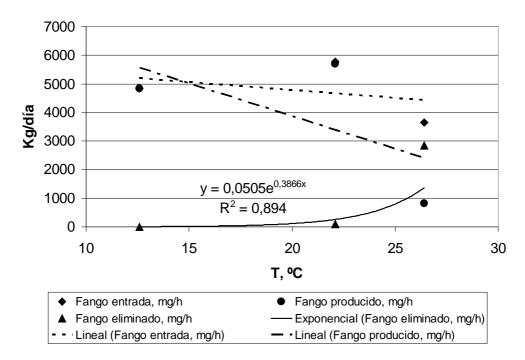


Figura 223. Tratamiento matemático de la influencia de la temperatura en la eliminación de fango cuando se usó aire.

Para estudiar cómo afecta la temperatura al tiempo de retención celular (TRC) se aplicará la definición de TRC_{teórico}, que es el tiempo de retención celular calculado para mantener constante la concentración de biomasa en el reactor biológico sin tener en cuenta la eliminación de biomasa en el biorreactor, es decir, el tiempo necesario para mantener el fango en el biorreactor a unas concentraciones determinadas de MLSS teniendo sólo en cuenta el fango acumulado en la entrada.

Como se indicó en el aparatado anterior el TRC_{teórico} se puede calcular mediante la Ecuación 50. Comparando el TRC_{teórico} calculado con los datos de la Tabla 36 con el experimental que aparece en la misma tabla, se observa en la Figura 224 cómo se ve afectada la diferencia entre el TRC experimental y el TRC teórico con la temperatura; es decir, debido al efecto de la temperatura se incrementa el TRC experimental, debido al metabolismo microbiano dado que la materia asimilada queda completamente oxidada (Ronzano y Dapena, 2002). Algunos de los puntos se salieron de la tendencia, por lo que no fueron representados en la Figura.

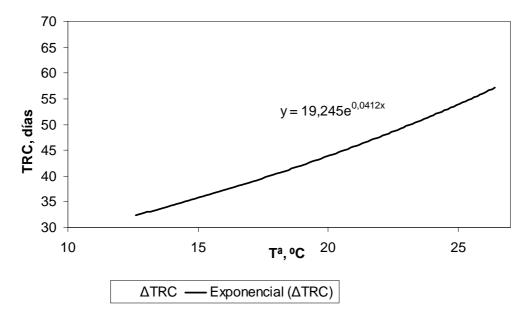


Figura 224. Relación experimental existente entre el TRC teórico y el TRC experimental en función de la temperatura cuando se usó aire.

Haciendo un ajuste exponencial a los datos de la diferencia del $TRC_{teórico}$ y del $TRC_{experimental}$ frente a la temperatura queda la Ecuación 57.

$$TRC_{\exp exp erimental} - TRC_{teórico} = 19,245e^{0.0412 \cdot T^a}$$
(57)

Siendo:

TRC – Tiempo de retención celular en días.

T^a – Temperatura en ° C

Esta ecuación nos dice que con temperaturas menores a 15° C no existen diferencias significativas entre los tiempos de retención celular teórico y experimental.

Una vez estudiado cómo se desvía el TRC experimental del teórico, se representa en la Figura 225 el rendimiento de eliminación de fango que se ha dado en los distintos experimentos de los tres experimentos considerados frente al tiempo de retención experimental. El rendimiento se obtiene mediante la Ecuación 51.

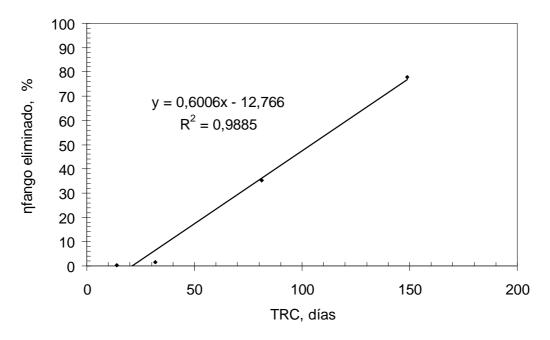


Figura 225. Eficiencia de eliminación de fangos frente a TRC cuando se uso aire.

Al igual que en el apartado anterior el incremento de temperatura es directamente proporcional al rendimiento de fango eliminado ya que afecta de forma exponencial al TRC lo que se ratifica en que el aumento del TRC consigue una mayor digestión de fangos.

Se observa que existe una relación lineal entre el rendimiento de eliminación de fango y el tiempo de retención celular, quedando la expresión expresada en tanto por uno de la siguiente manera (Ecuación 58):

$$\eta_{fange \ lim \ inado} = 0,6006 \cdot TRC_{exp \ erimental} - 12,766 \tag{58}$$

Despejando de la ecuación que relaciona el tiempo de retención celular experimental y teórico se puede despejar el tiempo de retención celular experimental, y sustituyendo la definición en la ecuación del rendimiento de eliminación se obtiene el rendimiento de eliminación de fango en función del tiempo de retención celular teórico en función de los parámetros operacionales teniendo en cuenta la definición de tiempo de retención celular teórico (Ecuación 59):

$$\eta_{fangoe\ \text{lim}\ inado} = -12,766 + 0,6006 \cdot \left(19,245 \cdot e^{0.0412 \cdot T^a} + \frac{V_{reactor} \cdot MLSS}{Qe \cdot SSe}\right) (59)$$

Sustituyendo en la expresión del rendimiento de fango y desarrollándola queda una ecuación de diseño con la cual se puede calcular el fango que produciría un reactor biológico de membrana en función de la temperatura, de los MLSS a los que se pretenda trabajar, del caudal de entrada y de los sólidos en suspensión a la entrada para aguas residuales urbanas (Ecuación 55).

En la Figura 226 se muestra una comparativa entre el caudal de purga (Ecuación 55) y el fango producido calculado con la ecuación anterior y los que realmente se produjeron en la investigación. Se observa como la ecuación se ajusta muy bien a los datos experimentales

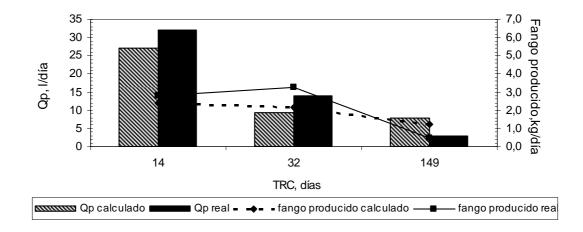


Figura 226. Comparativa del caudal de purga real y producción de fango real con los calculados a partir de la ecuación de caudal de purga obtenida cuando se usó aire.

Se puede ver por la figura que ordenando los datos por tiempos de retención celular crecientes, los valores de fango producido calculado y real disminuyen conforme aumenta el TRC. También se puede observar por la gráfica como los fangos producidos real y calculado se separan conforme aumenta el tiempo de retención celular. Este hecho pudo haberse debido a empezar la aireación justo después de acabar la etapa de estado estacionario con oxígeno puro. Es decir, a mayores tiempos de retención celular, el cambio de oxígeno a aire hace que la diferencia entre teórico y real sea menor. Comparando esta figura con la homóloga obtenida para el caso de oxígeno puro (Figura 221), puede comprobarse fácilmente como la eliminación de fangos disminuye cuando se usa aire para aportar las condiciones óxicas al sistemas.

Otro de los factores a tener en cuenta, además del fango producido en el reactor biológico, es lo estabilizado que sale el fango para ver si es necesario un tratamiento posterior del fango tras el tratamiento secundario realizado en el reactor biológico de membranas.

En la Figura 227 se muestra la relación existente entre la edad del fango (TRC) en el reactor biológico y la relación de MLSSV/MLSS en tanto por ciento; cuanto menor es esta relación menor cantidad de sólidos volátiles existen en el reactor biológico, por lo que existirá menor cantidad de materia orgánica y más inerte y, por lo tanto, el fango estará más estabilizado.

En la Figura 227 se observa cómo, tras los distintos experimentos al aumentar la edad del fango, se tiende a una mayor estabilización del mismo, y se consiguen valores de 80% con tiempos de retención celular de 84 días. Este valor se podría considerar todavía alto para ser un fango estabilizado, pero se tiene que tener en cuenta que el fango existente a lo largo de la investigación es solamente fango biológico sin fango de tratamiento primario que normalmente tiene un porcentaje mayor en compuestos de naturaleza inorgánica; de ahí que cuando se considera un fango estabilizado se suela referir a fangos mixtos que son los procedentes tanto del reactor biológico como del decantador primario y éstos se suelen considerar estabilizados cuando la relación MLSSV/MLSS está en torno al 50-55%.

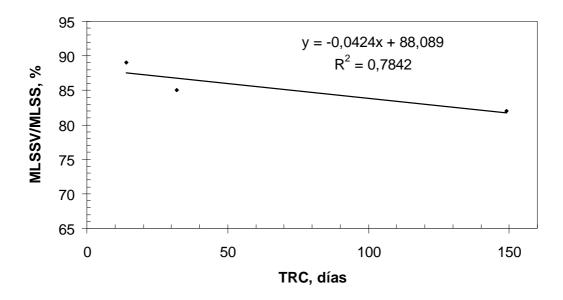


Figura 227. Relación de MLSSV/MLSS en función del TRC en todos los experimentos de la investigación de fondo cuando se uso aire.

La discusión de los resultados es exactamente la misma que la del anterior apartado, en este apartado se pretende comparar la estabilización de fangos cuando se usó oxígeno puro y aire para aportar las condiciones óxicas al sistema de biorreactor de membrana. En esta Figura junto con la homóloga en el apartado anterior (Figura 222) se puede apreciar que para tiempos de retención mucho menores, en torno a 80 días, la estabilización de fangos en forma de relación MLSSV/MLSS estuvo por debajo del 80% para el caso del uso de oxígeno puro frente al 85% usando aire, luego se aprecia una mejoría significativa en la estabilización de fangos, hecho que pudo ser debido a que el experimento con aire es una continuación cronológica en las mismas condiciones que con oxígeno puro. Hay que señalar que la caída de este porcentaje es más pronunciada en el caso de oxígeno puro cuando aumenta el TRC, dejando constancia de la conveniencia de trabajar a altos TRC.

Como conclusión, el aporte de oxígeno puro produce un rendimiento de eliminación de fango del 10% superior que en el caso de suministro de aire en las condiciones estudiadas. Es decir, con estos resultados se constata la mejora en el sistema obteniéndose un ahorro de costes de explotación.

5.8.6. Influencia de los parámetros de operación (MLSS, oxígeno puro y aire y temperatura) en la determinación de la cinética microbiana del sistema.

Se realizaron experimentos respirométricos durante los experimentos 3, 4, 5 y 6 durante la puesta en marcha y al final del estado estacionario con aporte de oxígeno puro.

La puesta en marcha se hizo con oxígeno puro para asegurar las mejores condiciones de crecimiento microbiano en nuestro sistema. También hay que remarcar que la puesta en marcha sólo se realizó durante los experimentos 4 y 6, ya que en el experimento 5 se obtuvo los sólidos en suspensión a partir del experimento 6 que es el que le precede cronológicamente.

La Tabla 19 y la Tabla 26 de los apartados de resultados de coeficientes cinéticos durante el estado no estacionario muestran como en ambos casos la constante de Monod y el coeficiente de muerte microbiana decrecen conforme aumentan los MLSS durante el estado no estacionario. Esta situación es indicativa de estado no estacionario previa estabilización de la planta. En ambos casos el coeficiente de hidrólisis o de consumo de sustrato son próximos en torno a la misma concentración de sólidos en suspensión en el licor mezcla. Todos los valores se encontraron dentro del rango obtenido por otros autores en similares condiciones de estudio (Tabla 13).

En la Figura 228 y Figura 229 se observan las evoluciones de los coeficientes cinéticos durante las puestas en marcha respectivas de los experimentos 4 y 6, sólo se compararon estos para eliminar la variable de TRH. Se observó que los valores de los coeficientes de lisis disminuyeron al aumentar la concentración de sólidos en suspensión en el licor mezcla. Este efecto pudo ser debido a un incremento de la mortalidad bacteriana asociado con la edad del fango.

Experimento 4

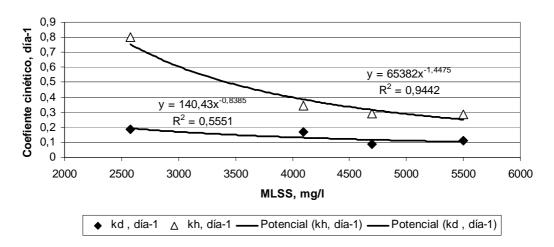


Figura 228. Coeficientes cinéticos de lisis (k_d) y de hidrólisis (k_h) durante el experimento 4 usando oxígeno puro.

Experimento 6

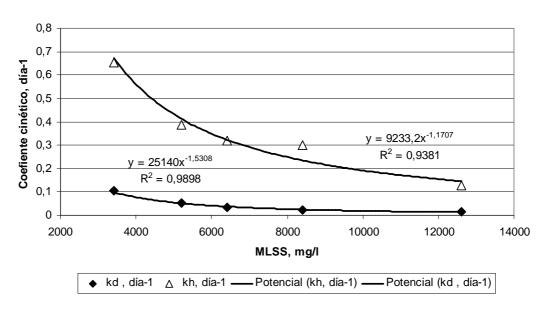


Figura 229. Coeficientes cinéticos de lisis (k_d) y de hidrólisis (k_h) durante el experimento 6 usando oxígeno puro.

En ambos casos se observa como los coeficientes cinéticos tienden a disminuir durante el estado estacionario conforme aumenta la edad del fango.

En las condiciones de trabajo el coeficiente de carga se mantiene constante para el primer caso, no así para el segundo experimento, donde el coeficiente de carga si disminuye significativamente y el coeficiente de lisis disminuyen en menor medida. En ambos casos la velocidad de crecimiento específico (μ_{max}) no mostró una tendencia clara. Este parámetro es difícil de evaluar con exactitud pero no es necesario en el modelo (Henze *et al.*, 1986).

Otros autores han obtenido constantes de Monod (K_M) decrecientes cuando el ratio de sustrato/biomasa (F/M) decreció (Çokgör' *et al.*, 2009), esto se debe al incremento de microorganismos en el sistema de biorreactor de membranas. Los datos obtenidos (Figura 230 y Figura 231) demuestran la misma tendencia para el caso del experimento 6, mientras que en el caso del experimento 4 esta tendencia es menos clara pero se hace patente cuando se añaden los datos del experimento con oxígeno puro a 10,900 mg/L de concentración de sólidos en suspensión en el licor mezcla.

Experimento 4 MLSS, mg/l ♦KM, mg/L ∆Y, mgMLSS/mgDQO

Figura 230. Constante de Monod (k_M) y coeficiente de carga (Y) durante el experimento 4 usando oxígeno puro.

80 1,2 70 Δ Δ 60 Δ 50 ₹ 40 30 20 10 0 0 8000 14000 4000 6000 10000 12000 2000 MLSS, mg/l ♦ KM, mg/L ∆Y, mgMLSS/mgDQO

Experimento 6

Figura 231. Constante de Monod (k_M) y coeficiente de carga (Y) durante el experimento 6 usando oxígeno puro.

En el experimento 6 en el cual se alcanzan altas concentraciones de sólidos en suspensión en el licor mezcla si se observa que no existe una disminución en la constante de Monod al aumentar los sólidos en suspensión a partir de los 8.000 mg/L.

La disminución de las constantes cinéticas conforme aumenta la concentración de MLSS se debe a la pérdida de rendimiento debido al aumento de la competencia microbiana, con lo cual un incremento excesivo de la biomasa presente en el reactor biológico no implica un mejor comportamiento cinético del sistema, no habiendo mejoras significativas a partir de una concentración de MLSS de 4.000 mg/L en el reactor biológico con las condiciones estudiadas..

Estos experimentos respirométricos son totalmente válidos a la hora del diseño de plantas piloto, y a la vez puede suministrar información adicional sobre el rendimiento de operación debido a que a partir de una medida puntual se puede sacar información de entrada de tóxicos o bajo rendimiento comparando con datos históricos.

Para la comparativa de la influencia del uso de oxígeno puro y aire se analizaron los coeficientes cinéticos al final de cada ciclo de uso de los experimentos 4, 5 y 6, cuya diferencia radica en la concentración de sólidos en suspensión alcanzados durante el estado estacionario.

La Figura 232 y la Figura 233 muestran los coeficientes de lisis y de hidrólisis con respecto a los sólidos en suspensión alcanzados.

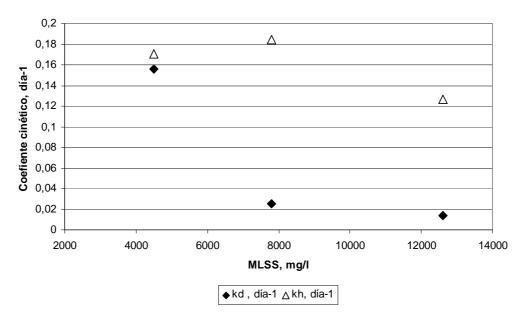


Figura 232. Coeficientes cinéticos de lisis (k_d) y de hidrólisis (k_h) alcanzados durante los experimentos 4, 5 y 6 usando oxígeno puro.

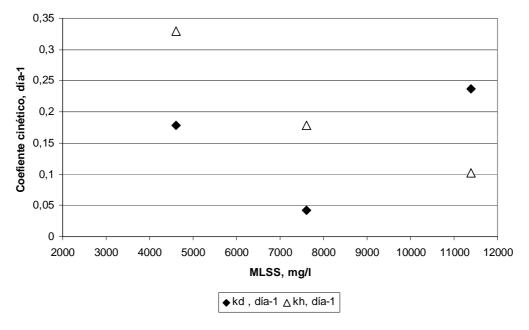


Figura 233. Coeficientes cinéticos de lisis (k_d) y de hidrólisis (k_h) alcanzados durante los experimentos 4, 5 y 6 usando aire.

En el caso de uso de oxígeno puro se observa que la constante de hidrólisis se mantiene prácticamente constante, y para el caso de uso de aire esta tendencia cae conforme aumentan los MLSS. En ambos casos la constante de lisis disminuye conforme aumentan los MLSS, salvo a altos MLSS usando aire, donde sufrieron una muerte celular grande lo cual es indicativo de que operar con oxígeno puro puede optimizar el tratamiento de aguas residuales en alta carga.

En la Figura 234 se puede apreciar los distintos coeficientes cinéticos de hidrólisis, siendo menor para bajas concentraciones de sólidos en suspensión en el licor mezcla para el caso del oxígeno, cambiando de tendencia a concentraciones medias de sólidos en suspensión en el licor mezcla. Este hecho nos puede hacer suponer que el uso de oxígeno puro aumenta la estabilidad del proceso al ser menos sensible a variaciones de carga.

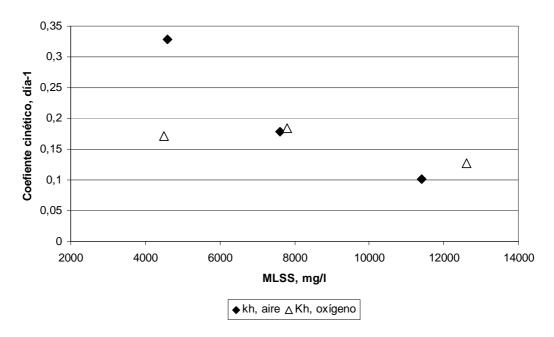


Figura 234. Coeficientes cinéticos de hidrólisis (k_h) durante los experimentos 4, 5 y 6 usando oxígeno puro y aire.

Para el caso de los coeficientes de hidrólisis en la Figura 235 se aprecia como siempre usando aire el coeficiente de lisis es mayor que en el caso del uso de oxígeno puro, y esta diferencia se hace mayor a mayores concentraciones de sólidos en suspensión en el licor mezcla, que refuerza la teoría de que usando oxígeno puro el sistema es más estable ante variaciones de carga. El aumento de la constante de

lisis lleva aparejado la pérdida de masa microbiana activa, por lo que aumentará debido a este hecho la creación de fangos y disminuirá la eficiencia de depuración.

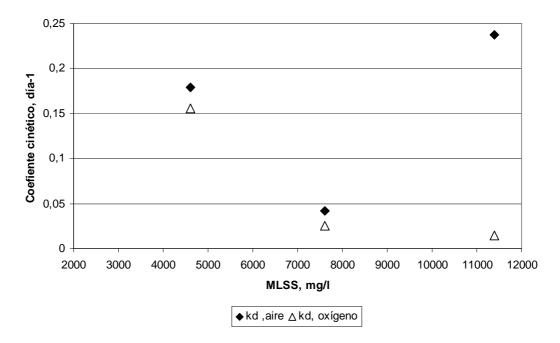


Figura 235. Coeficientes cinéticos de lisis (kd) durante los experimentos 4, 5 y 6 usando oxígeno puro y aire.

Estadística y simulación

Para el análisis del efecto de más de dos variables se utilizó el análisis de correspondencia canónica (CCA) para obtener las relaciones entre parámetros operacionales y variables ambientales (Molina-Muñoz *et al.*, 2009). Los cálculos CCA se llevaron a cabo con el software CANOCO v4.5 con tests de 500 permutaciones y un nivel de significancia del 0,05. Las variables ambientales fueron el TRC, MLSS y temperatura. Las variables operacionales fueron los parámetros cinéticos. Todas las variables se transformaron a log(x+1).

Primero se realizó un análisis al componente principal (PCA) para seleccionar las variables ambientales asociadas con mayor correlación y excluir las que mostraron mayores coeficientes de correlación (r≥0,9). Bajo este supuesto en esta ocasión, ninguna de las variables tuvo que ser excluida del análisis.

El gráfico de CANOCO es una representación de cómo afecta la variable ambiental en los distintos parámetros de diseño. La correlación es positiva cuando el ángulo es agudo y negativa cuando el ángulo es mayor de 90 grados. De forma más cuantitativa se puede leer las correlaciones aproximadas de un parámetro de diseño con otros parámetros de diseño proyectando las flechas en la línea imaginaria en los ejes canónicos. El efecto en los parámetros de diseño puede interpretarse como la longitud de la flecha de la variable ambiental y la interrelación será directa o indirecta dependiendo del ángulo entre la variable y el parámetro.

Los factores de inflación fueron un 98% para el eje X, es decir, que este eje absorbe el 98% de la covarianza total, es decir, que el estudio de este eje es el más representativo del comportamiento del sistema total. El gráfico de CANOCO se muestra en la Figura 236.

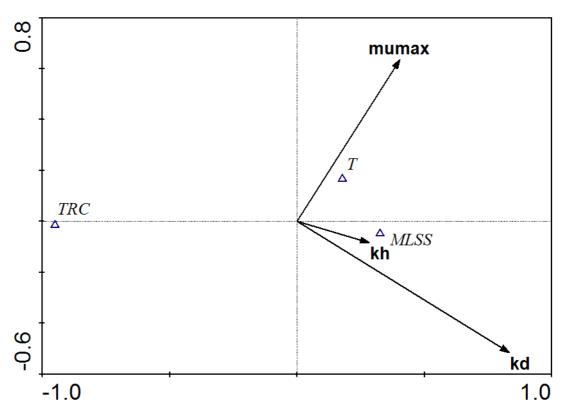


Figura 236. Gráfico de CANOCO que estudia TRC, MLSS y temperatura en condiciones de estado estacionario como parámetros frente μ_{max} , k_d , k_h como variables.

En la Figura 236 se estudia los parámetros operacionales, MLSS, TRC y temperatura. Los ángulos entre flechas indican las correlaciones entre las variables ambientales. Es decir, a partir de esta figura se puede asegurar que el TRC tiene la

mayor influencia en los parámetros cinéticos debido a que el ángulo proyectado es mayor en el eje con mayor inercia. Después la temperatura es la que tiene mayor influencia en los parámetros cinéticos, lógicamente ya que el TRC está influenciado por la temperatura, y por último los MLSS.

La Figura 236 muestra que μ_{max}^+ no tiene correlación ninguna con los otros parámetros ambientales (k_d y k_h) aunque es la más influenciada por los parámetros operacionales después de la constante de hidrólisis. Si se aprecia la fuerte correlación entre las constantes de lisis e hidrólisis debido al pequeño ángulo entre ellos.

5.8.7. Influencia de los tiempos de retención hidráulicos, de la temperatura, de la concentración de MLSS y el uso de oxígeno puro o aire en la capacidad nitrificante de los biorreactores de membrana

En este apartado se pretende analizar la capacidad nitrificante de los biorreactores de membrana que ha tenido lugar a lo largo de la investigación y analizar en que condiciones se puede lograr una mejor nitrificación en los biorreactores de membrana como fase previa a una desnitrificación.

Como queda reflejado en la presentación de resultados no en todas los experimentos se logró una nitrificación completa en el agua de salida o efluente del biorreactor de membranas.

Hubo nitrificación en el experimento 3 (Figura 103), pero no fue completa hasta los últimos días de experimentación, el tiempo de retención hidráulico fue de 18 horas y los sólidos en suspensión alcanzados en el estado estacionario de 10.275 mg/L y la temperatura media de operación fue de 12° C .Observando la Figura 103 se puede tomar como conclusión que empezaron a formarse nitratos en el día 25 de experimentación, alcanzando un máximo el día 39, pero que conforme aumentaron los sólidos en suspensión en el licor mezcla estos nitratos disminuyeron, aunque no desaparecieron, continuando la nitrificación. En este experimento se observa un gran rendimiento de eliminación de nitrógeno en forma de amonio. Entre los días 13 y 31

se observa el aumento de nitrógeno en el efluente en forma de nitrito próximo a la aparición de nitratos, esta evolución de los compuestos nitrogenados se adapta al modelo de crecimiento bacteriano desarrollado en el planteamiento del problema.

En el experimento 4 (Figura 128) se puede apreciar que también existió nitrificación, incluso desde los primeros días ya que se formaron nitratos a partir de día 8. Este experimento se llevó a cabo a una concentración de sólidos en suspensión en el licor mezcla media de 4.017 mg/L, a un tiempo de retención hidráulico de 12 horas y a una temperatura media de 19° C. Sin embargo la disminución de amonio no llegó a ser completa, incluso sólo en los últimos días empezó la formación de nitritos, más concretamente el día 86, característico del comienzo de estabilidad en la nitrificación en los sistemas de depuración.

En el experimento 5 (Figura 155) se observa que ya existe una gran nitrificación, este hecho se debe a que ya existen bacterias nitrificantes en el medio ya que hay que recordar que este experimento es continuación cronológica del experimento 6 (Figura 183) en el que se observa la aparición de nitritos el día 81 de experimentación y una eliminación progresiva de nitrógeno en forma amoniacal. En el experimento 5 se trabajó a una concentración de sólidos en suspensión en el licor mezcla media de 7.873 mg/L y a una temperatura media de 24° C. En el experimento 6 se trabajó a una concentración de sólidos en suspensión en el licor mezcla medio de 11.192 mg/L y a una temperatura media de 12° C.

Cabe remarcar que la estabilización se dio con mayor velocidad trabajando a mayores tiempos de retención hidráulico, ya que se favorece la proliferación de microorganismos nitrificantes y la nitrificación al aumentar el tiempo de residencia del agua residual a tratar.

Este análisis de datos se hizo tomando en cuenta todos los datos, tanto en puesta en marcha como en estado estacionario, y tanto en periodo de aporte de oxígeno con oxígeno puro como con aire para aportar las condiciones óxicas al biorreactor de membranas. Durante el experimento 1 y 2 no se realizaron mediciones de nitritos, nitratos y amonio.

Para estudiar la capacidad de nitrificación en los biorreactores de membrana, en la Tabla 38 se muestra las concentraciones medias de MLSS con las que se trabajó en cada uno de los experimentos con sus respectivas temperaturas, y las concentraciones medias de nitrato que existían en los últimos siete días de cada experimento al final del estado estacionario dividido entre periodos de aporte de oxígeno puro y de aire.

Tabla 38. Temperatura, sólidos en suspensión en el licor mezcla y nitrato cuando se usó oxígeno puro y aire.

Experimento	MLSS, mg/L	NO ₃ , mgN/L	T, ° C
Oxígeno puro			
EXP 3	10.275	8,8	15
EXP 4	4.017	12,9	15
EXP 5	7.873	0,8	25
EXP 6	11.192	0,9	17
Aire			
EXP 3	10.275	5,4	10
EXP 4	4.017	7,4	11
EXP 5	7.873	0,8	26
EXP 6	11.192	0,9	20

En dicha tabla se puede comprobar claramente que el nitrato obtenido en el experimento 5 es prácticamente al mismo obtenido en el experimento 6 ya que el experimento 5 se realizó desde las condiciones previas del experimento 6. Como las bacterias nitrificantes son las mismas el estudio del experimento 5 fue suprimido para el estudio de la nitrificación en función de la concentración de MLSS.

En la Figura 237 están reflejadas las cantidades medias de nitrato obtenidas en estado estacionario para el aporte de oxígeno puro y aire apreciándose una mayor nitrificación cuando se usó oxígeno puro para aportar las condiciones óxicas al sistema. La diferencia de rendimientos de nitrificación y la nitrificación total se hace menor conforme aumentan los sólidos en suspensión en el licor mezcla. Ambos

hechos son acordes a la hipótesis de que conforme aumentan los sólidos en suspensión en el licor mezcla se inhibe la actividad nitrificante, llegándose a bajos y próximos rendimientos de nitrificación.

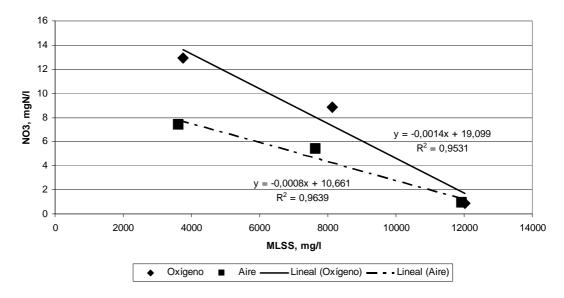


Figura 237. Comparación de rendimiento de nitrificación frente a los sólidos en suspensión en el licor mezcla usando oxígeno puro y aire durante los experimentos 3, 5 y 6.

Para la comparación de la utilización de oxígeno puro y aire se tuvieron en cuenta los experimentos 3 y 6 debido a que las temperaturas fueron próximas, los otros experimentos se eliminaron por inferencia estadística y porque la temperatura introducía una varible con valores dispares, haciendo difícil su análisis En la Tabla 39 se recogen las producciones medias de nitrato y nitrito y la eficiencia de consumo de amonio en los últimos 10 días de cada experimento con aire y con oxígeno puro en condiciones de estado estacionario como factor multiplicador del influente de cada uno de ellos.

Comparando el uso de oxígeno puro y aire para proveer las condiciones aeróbicas al sistema la nitrificación fue mayor cuando se usó oxígeno puro. En el caso del experimento 3 el incremento fue del 13% para un TRH de 18 horas. Y en el caso del experimento 4 el incremento fue del 8% para un TRH menor, 12 horas. Estos porcentajes están en concordancia con otros investigadores que trabajaron a temperaturas similares y concentraciones de MLSS (Guglielmi y Andreottola, 2011).

Existen numerosas investigaciones en las que se puede corroborar la nitrificación existente en los biorreactores de membrana, en la investigación Rosenberger *et al.* (2002) se observa que se produce una nitrificación en un sistema de BRM, el crecimiento de las bacterias nitrificantes se produce a concentraciones de MLSS por debajo de 6.000 mg/L con tiempos de residencia hidráulicos superiores a 10 h, una vez que consigue un correcta nitrificación, que tiene lugar en el proceso antes de los 50 días de operación de su experimento, se incrementa la concentración de MLSS hasta valores por encima de 18.000 mg/L continuando el proceso de nitrificación.

Tabla 39. Eficiencias de producción de nitrito y nitrato y eliminación de amonio en el experimeno 3, 4, 5 y 6 cuando se usó oxígeno puro y aire.

Evnovimente	Factor multiplicador	Factor multiplicador	Factor mulfiplicador		
Experimento	de NH ₄	de NO ₂	de NO ₃ -		
Oxígeno puro			_		
EXP 3	0,79	-	8,04		
EXP 4	-	-	-		
EXP 5	0,87	83,71	-		
EXP 6	0,67	13,25	-		
Aire					
EXP 3	0,65	-	5,72		
EXP 4	0,62	91,89	-		
EXP 5	0,97	47,04	-		
EXP 6	0,59	74,32	8,62		

En otra investigación se obtuvo nitrificación parcial de nitrito usando oxígeno puro obteniéndose un rendimiento del 97% para las condiciones de operación, lo que corrobora que el uso de oxígeno puro es adecuado para conseguir la nitrificación en lo sistemas de biorreactores de membrana (Canziani *et al.*, 2006)

Otro de los aspectos que cabe remarcar es que existe una pequeña desnitrificación en prácticamente todos los experimentos, como he señalado anteriormente esto es debido a la posible existencia de zonas en el reactor biológico que no estuvieran convenientemente aireadas, aunque difícil de ocurrir, actuando así como zonas anóxicas favoreciendo la desnitrificación.

En la desnitrificación parcial que ha existido en los experimentos donde no se ha llegado a producir nitrato cabe la posibilidad que se este produciendo una desnitrificación normal y que no se detecte el nitrato porque la velocidad de generación de este sea igual a la de eliminación por el mecanismo de desnitrificación, y además parte del nitrógeno puede estar siendo asimilado por la biomasa. También es posible que no se observe nitrato debido a que la desnitrificación sea muy rápida.

Suwa *et al.* (1989), han señalado que la nitrificación-desnitrificación puede ocurrir a altas concentraciones de oxígeno disuelto en un biorreactor de membranas debido a la alta concentración de sólidos en suspensión en el licor mezcla que genera zonas microscópicas anóxicas/anaerobias formada por flóculos que favorecen el crecimiento de bacterias desnitrificantes.

También se ha demostrado que puede darse desnitrificación debido a la aireación intermitente (Suwa *et al.*, 1992, Ueda *et al.*, 1996, Nagaoka *et al.*, 1999, Yeom *et al.*, 1999).

Hay que tener en cuenta que la temperatura tiene un efecto importante en la eliminación de nitrógeno y por ello se hace necesario un estudio multivariable, pero otros autores han estudiando la mejora de la nitrificación usando oxígeno puro y aire a diferentes temperaturas y se ha encontrado que en el rango 25-30°C el uso de oxígeno puro mejora dicha eficiencia (Zupančič y Roš, 2008).

En la Tabla 40 están recogidos los parámetros cinéticos obtenidos con el modelo de Monod cuando se alcanzó el estado estacionario referidos a los compuestos nitrogenados. En las condiciones experimentales a temperatura

equivalente y concentración MLSS próximas a tiempo TRH de 18 horas (Experimento 3) la velocidad específica de crecimiento fue algo mayor cuando se usó aire, la velocidad máxima de crecimiento específica fue aproximadamente la misma y la constante de Monod fue mayor cuando se usó oxígeno puro. Esto demuestra que la velocidad de crecimiento cuando se usó oxígeno puro es mayor, es decir la eficiencia de nitrificación es mayor cuando se usa oxígeno puro. Este hecho se observa cuando el TRH fue de 12 horas (Experimento 4). El factor multiplicador de K cuando se usó oxígeno puro fue del 1,9 en el experimento 3 y 3,2 en el experimento 4. Estas tendencias evidencian la mejora del sistema cuando se usó oxígeno puro para prever las condiciones aeróbicas al sistema en términos de crecimiento de biomasa estudiando el consumo de amonio por balance cinético.

Tabla 40. Parámetros cinéticos referidos al amonio, tiempo de retención celular y fracciones de amonio en el efluente simulado y experimental en el experimento 3, 4, 5 y 6 cuando se usó oxígeno puro y aire.

Experimento	$\mu_{NH4}^{}^{},h^{-1}$	r_{suNH4}^{+} , mgN_t/Lh	μ _{MAX, NH4} ⁺ , h ⁻¹	K_{NH4}^{+} , mgN_t/L	k _{d,NH4.} +, día ⁻¹	k _{H,NH4} ⁺ , día ⁻¹	S _{nh4} ⁺ experimental	S _{nh4} ⁺ simulación
Oxígeno								
Puro								
EXP 3	$3,1\cdot 10^{-4}$	1,23	54,55·10 ⁻⁴	3,71	$0,3\cdot 10^{-3}$	$7,4\cdot 10^{-3}$	0,34	0,42
EXP 4	16,8·10 ⁻⁴	1,14	46,74·10 ⁻⁴	0,33	$3,68 \cdot 10^{-3}$	$9,4\cdot 10^{-3}$	0,59	0,85
EXP 5	26,5·10 ⁻⁴	2,17	0,69·10 ⁻⁴	1,62	$0,2\cdot 10^{-3}$	$0,4\cdot 10^{-3}$	-	-
EXP 6	10,6·10-4	0,52	23,20.10-4	0,40	36,1·10 ⁻³	$0,5 \cdot 10^{-3}$	-	-
Aire								
EXP 3	21,91·10 ⁻⁴	0,66	58,18.10-4	1,94	11,29·10 ⁻³	4,0·10 ⁻³	0,66	0,31
EXP 4	2,90·10 ⁻⁴	1,18	43,06·10 ⁻⁴	0,10	$40,2 \cdot 10^{-3}$	$8,8\cdot10^{-3}$	0,66	0,58
EXP 5	77,77·10 ⁻⁴	1,37	0,32·10 ⁻⁴	3,11	$2,7 \cdot 10^{-3}$	$0,2\cdot 10^{-3}$	-	-
EXP 6	07,7·10-4	2,10	390,32·10 ⁻⁴	0,02	$46,7\cdot 10^{-3}$	5,6·10 ⁻³	-	-

Los valores obtenidos para las constantes cinéticas están en los mismos rangos obtenidos por otros autores (Sarioglu et al., 2009). La concentración de

MLSS tiene una gran influencia en las constantes de Monod, disminuyendo K cuando aumenta la concentración de MLSS debido a la competición.

En este sistema el tiempo de retención hidráulico puede tener una influencia directa en las constantes cinéticas ya que el tiempo de contacto sustratomicroorganismos es un factor determinante en el comportamiento del sistema (Muda *et al*, 2011). A TRH de 12 horas la velocidad de consumo de amonio no presenta grandes diferencias en el caso del uso de oxígeno puro con el aire. Este hecho puede ser debido a que no se haya alcanzado un tiempo de contacto apropiado para ello. Sin embargo, en el caso de mayor tiempo de contacto, TRH 18 horas, si hay diferencias significativas, con un factor multiplicador de esta velocidad del 1,9% cuando se usó oxígeno puro. En el caso de la constante de lisis, en ambos casos aumenta cuando se usó aire, más exactamente el factor multiplicador fue 1,8 en el experimento 3 y un 1,1 en el experimento 6. Esta mejora también puede ser debido al mayor tiempo de retención hidráulico.

Estadística

Para el análisis de más de dos variables se utilizó el análisis de correspondencia canónia (CCA) para obtener las relaciones entre parámetros operacionales y variables ambientales (Molina-Muños et al., 2009). Los cálculos CCA se llevaron a cabo con el software CANOCO v4.5 con teste de 500 permutaciones y un nivel de significancia del 0.05. Las variables ambientales fueron el TRH, MLSS y temperatura. Las variables operacionales fueron los parámetros cinéticos. Todas las variables se transformaron a log(x+1).

Primero se uso un análisis al componente principal (PCA) para seleccionar las variables ambientales asociadas con mayor correlación y excluir las que mostraron mayores coeficientes de correlación (r≥0.9). Bajo este supuesto en esta ocasión, ninguno tuvo que ser excluido del análisis.

El gráfico de CANOCO es una representación de cómo afecta la variable ambitental en los distintos parámetros de diseño. La correlación es positiva cuando

el ángulo es agudo y negativa cuando el ángulo es mayor de 90 grados. De forma más cuantitativa se puede leer las correlaciones aproximadas de un parámetro de diseño con otros parámetros de diseño proyectando las flechas en la linea imaginaria en los ejes canónicos. El efecto en los parámetros de diseño puede interpretarse como la longitud de la flecha de la variable ambiental y la interrelación será directa o indirecta dependiendo del ángulo entre la variable y el parámetro.

Los factores de inflación fueron un 99,8% para el eje X, es decir, que este eje absorbe el 99,8% de la covarianza total, es decir, que el estudio de este eje es muy representativo del comportamiento del sistema total. El gráfico de CANOCO se muestra en la Figura 238.

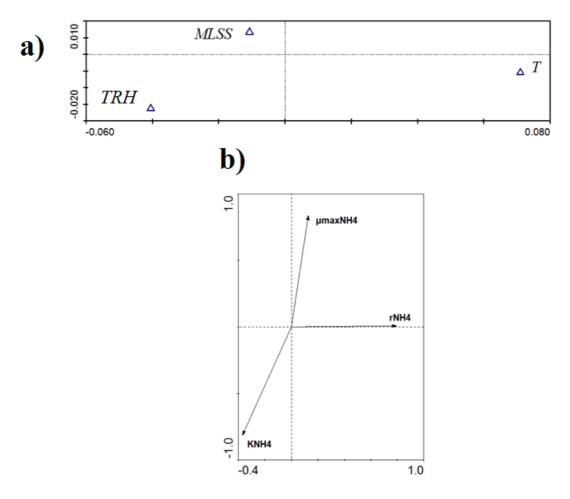


Figura 238. Gráfico de CANOCO que estudia TRH, MLSS y temperatura en condiciones de estado estacionario como parámetros frente r_{NH4}^+ , μ_{maxNH4}^+ y K_{NH4}^+ como variables. a) Parámetros operacionales. b) Parámetros ambientales de Monod.

En la Figura 238a) se estudia los parámetros ambientales, MLSS, TRH y temperatura. Los ángulos entre flechas indican las correlaciones entre las variables ambientales. Es decir, a partir de esta figura se puede asegurar que la temperatura tiene la mayor influencia en los parámetros cinéticos debido a que el ángulo proyectado es es mayor en el eje con mayor inercia. Después el TRH es el que tiene mayor influencia en los parámetros cinéticos, y finalmente la concentración de MLSS.

La Figura 238b) muestra que μ_{maxNH4}^+ y K_{NH4}^+ , los parámetros ambientales, tienen una correlación negativa fuerte debido al ángulo entre ellos. Esto es debido a su interrelación con la ecuación de Monod. La velocidad de consumo de sustrato $(\mu_{MAX,NH4}^+)$ y velocidad máxima de consumo de sustrato (r_{NH4}) no presentaron una correlación entre ellos.

Simulación

Para la simulación del sistema, es decir, la obtención de las constantes cinéticas teóricas a partir de las condiciones de operación determinadas, se usó el programa DESASS (Design and Simulation of Activated Sludge Systems), es un simulador compilado con Visual Basic 6.0 y Fortram Power Station (FPS) 4.0. Este software se usa para simular y evaluar la eficiencia de plantas de tratamiento existentes o para diseñarlas. El modelo matemático de consumo de nutriente sigue el Biological Nutrient Renoval Model No. 1, BNRM (Seco *et al.*, 2004) e incluye el modelo 2 para fango activo de la IAWQ (Activated Sludge Model No, 2d, ASM2d) (Henze *et al.*, 1999).

En la Tabla 40 se muestran las fracciones de amonio obtenido, estas fracciones se expresan como el amonio en el efluente dividido por el nitrógeno total en el efluente. Para llevar a cabo la simulación se necesitó el tiempo de retención celular, el cual también se ve reflejado en dicha tabla.

Puede comprobarse como la misma tendencia se mantiene cuando TRH decrece ya que se consume menos amonio. Luego el método para obtener los

parámetros cinéticos es válido ya que las fracciones siguen la misma tendencia tanto en la simulación como en los datos experimentales con la lógica desviación de los datos experimentales.

En definitiva cabe concluir que en las condiciones estudiadas y visto la revisión bibliográfica realizada y los resultados obtenidos, el proceso de biorreactores de membrana es adecuado para la nitrificación de un influente con amonio, y por lo tanto para una eliminación de nitrógeno del efluente, encontrándose en la presente investigación que la nitrificación esta inhibida cuando las concentraciones de sólidos en el reactor biológico se encuentran en valores por encima de 7 g/L, esto no quiere decir que no se pueda dar la nitrificación en concentraciones mayores, si no que al sistema necesitaría más tiempo conseguir una nitrificación adecuada.

5.8.8. Influencia de los tiempos de retención hidráulicos, de la temperatura, de la concentración de MLSS y la viscosidad en la eficiencia de aireación en relación con la eliminación de materia orgánica.

En el siguiente apartado se hará un análisis de los seis experimentos de la investigación de fondo utilizando procedimientos estadísticos mediante el programa StatGraphics y el programa CANOCO. El objetivo de este apartado es obtener la relación entre el alfa-factor de aireación bajo las distintas concentraciones de sólidos en suspensión en el licor mezcla (MLSS) con diferentes tiempos de retención hidráulica (TRH).

Durante el presente estudio también se tienen en cuenta otros parámetros de interés, como pueden ser los sólidos en suspensión del influente, la DBO₅ y DQO del influente, la conductividad del influente y el pH del influente y el estudio se hace atendiendo al efecto en los sólidos en suspensión volátiles y la viscosidad. Se toma la medida teniendo en cuenta los datos en estado estacionario suministrando oxígeno puro al sistema.

Este estudio se llevó a cabo con un análisis canónico multivariable que da información relevante sobre el efecto en los parámetros de operación y la relaciones existentes entre las variables ambientales.

Antes de tratar los datos mediante análisis canónico multivariable se analizaron los datos mediante análisis de varianza multifactor (ANOVA) usando el software del programa STATGRAPHICS 5.0 (STSC, Rockville, MD, USA) para identificar medidas que presentaran diferencias significativas entre ellas, ya que si no las presentan la variable debe desecharse del análisis canónico. Se impuso un nivel de significación del 95% (P < 0.05).

Al requerirse el análisis de más de dos variables para ver el efecto en su conjunto de las variables ambientales sobre las variables de diseño se seleccionó un Análisis de Correspondencia Canónica (Canonical Correspondence Analysis, CCA) para obtener la obtener las relaciones existentes entre los parámetros o variables de diseño y variables ambientales (Molina-Muñoz *et al.*, 2009). Se realizaron los CCA mediante el software CANOCO v 4.5. Los tests de permutación se realizaron con un nivel de significancia del 0,05 a 500 permutaciones. Las variables operacionales fueron el tiempo de retención hidráulico (TRH), sólidos en suspensión del licor mezcla (MLSS), sólidos en suspensión volátiles (MLSSV), viscosidad y concentración de oxígeno disuelto entendiendo como tal la eficiencia en la transferencia de oxígeno (alfa-factor).

Las variables ambientales fueron las relacionadas directamente con el fango (temperatura, pH y conductividad), y composición del influente (DQO y DBO₅). Todas las variables excepto el pH se transformaron por log (x+1) para hacer comparables los distintos parámetros haciéndolos aparecer en la misma escala. Antes del CCA se llevó a cabo un análisis de componentes principales (Principal Component Analysis, PCA) para seleccionar las variables más asociadas con la variabilidad total del sistema y excluir las de mayores coeficientes de correlación (r≥0,9). La matriz de correlación de todas las variables se calculó utilizando el coeficiente de correlación de Pearson.

Este programa incluye la posibilidad de representación del Gráfico Canoco que es una representación del efecto de las variables ambientales en los parámetros de diseño y cuantifica el efecto en las variables de diseño, la correlación existente entre estas y la correlación entre variables ambientales. Dicha correlación aproximada es positiva cuando el ángulo es agudo, y negativa cuando el ángulo existente es mayor de 90 grados. Cuantitativamente se pueden leer las correlaciones existentes entre variables de diseño proyectando las flechas en los ejes canónicos, el eje elegido será el de mayor inercia, es decir, el que recoja mayor variabilidad del sistema. El efecto en los parámetros de diseño se puede interpretar como la longitud de la flecha de la variable ambiental y esta relación será directa o indirecta dependiendo del ángulo formado entre la variable y el parámetro.

Para el estudio se tomaron todos los datos pertenecientes al estado estacionario en el que operó el biorreactor de membranas, tomando como variables ambientales u operacionales cuyos valores medios se representan en la Tabla 41, donde se tienen en cuenta la concentración de sólidos en suspensión en el licor mezcla, tiempo de retención hidráulico, sólidos en suspensión del influente, DQO del influente, DBO₅ del influente y la temperatura.

Tabla 41. Características físico-químicas medias (DQO, DBO₅ y SS) del influente y temperatura de operación para las distintas condiciones estudiadas en estado estacionario.

Experimento	MLSS,	TRH, h	T, ° C	DQO _i ,	DBO _{5i} ,	SS _i , mg/L
	mg/L			mgO_2/L	mgO ₂ /L	
EXP 1	4.300	18	14	531,3	377.3	147,6
EXP 2	4.559	18	26	566,7	334.3	118,8
EXP 3	10.275	18	13	567,0	376.2	143,2
EXP 4	4.017	12	16	373,9	339.4	123,1
EXP 5	7.873	12	23	429,0	402.9	114,7
EXP 6	11.192	12	16	416,8	374.2	139,1

Como parámetros de diseño se utilizó el alfa-factor por ser el parámetro que afecta en mayor medida a la eficiencia de aireación, la viscosidad corregida a 20°C, y sólidos en suspensión volátiles.

Los valores obtenidos para el alfa-factor y los valores medios de viscosidad vienen recogidos en la Tabla 42. Los valores de alfa-factor se obtuvieron a partir de la relación de los coeficientes de transferencia de masas de cada uno de los experimentos y del obtenido usando agua de grifo, cuyo coeficiente de transferencia de masas medio (K_La_{aguadegrifo}) fue de 3,6246 h⁻¹.

Tabla 42. Estudio comparativo de los parámetros operacionales (alfa-factor y viscosidad) para los distintos experimentos cuando se usó oxígeno puro para suministrar las condiciones óxicas al sistema.

Experimento	MLSS, mg/L	TRH, h	T, ° C	$\mu(20^{\circ} \text{ C})$, mPa.s	Alfa-factor
EXP 1	4.300	18	14	4,5	0,6115
EXP 2	4.559	18	26	4,0	0,8975
EXP 3	10.275	18	13	24,0	0,1223
EXP 4	4.017	12	16	5,1	0,2787
EXP 5	7.873	12	23	11,2	0,0355
EXP 6	11.192	12	16	18,8	0,0221

La conductividad y el pH fueron retiradas del estudio ya que tal y como se mostró en los resultados, no presentaron gran variabilidad, y esto se demostró después del estudio matemático ya que no tienen efecto sobre las variables de diseño.

En la Figura 239 se muestra el gráfico Canoco. El primer eje canónico (Y) absorbe el 61,8% y el segundo el 35,4%, por lo que ambos ejes canónicos representados absorben el 97,2% de la covarianza total, hecho que constata la alta representatividad del sistema en el gráfico.

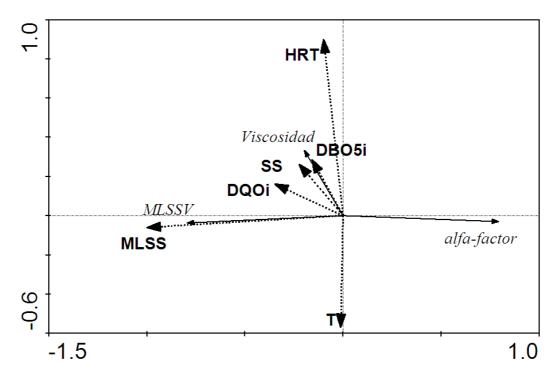


Figura 239. Gráfico Canoco para el estudio de la influencia de las variables operacionales en las de diseño.

Como se ha dicho los parámetros operacionales son la DBO₅ del influente, DQO del influente, temperatura, sólidos en suspensión del influente y para estudiar las relaciones entre ellos hay que tener en cuenta que los ángulos entre flechas indica el grado de correlación existente entre ellas individualmente. Según esto el gráfico Canoco muestra que la DQO y DBO₅ del influente tienen una correlación bastante fuerte y positiva debido al ángulo agudo que existe entre ambos.

Del gráfico también se desprende que la viscosidad tiene una gran influencia en el alfa-factor y consecuentemente MLSS y MLSSV ya que el ángulo proyectado es mucho mayor en los ejes con mayor inercia.

Otra información interesante que se desprende del gráfico es que el alfafactor, la eficiencia de aireación, se correlaciona negativamente con la concentración de sólidos en suspensión volátiles y la viscosidad ya que el ángulo que se forma entre ellos es mayor de 90°.

Todavía se puede extraer más información de dicho gráfico ya que, teniendo en cuenta que el efecto en los parámetros de diseño de los parámetros operacionales se puede cuantificar como la longitud de la flecha, la concentración de sólidos en suspensión en el licor mezcla y el tiempo de retención hidráulico son los parámetros operacionales de mayor influencia en los parámetros de diseño. La DQO y DBO₅ del influente tienen un efecto similar en el sistema. La biodegradabilidad en todos los experimentos fue diferente debido a que se trabajó con agua residual como alimentación real. La relación de biodegradabilidad del proceso no es constante debido a que la DBO₅ y la DQO no presentan una correlatividad completa ya que existe un ángulo entre ellos, aunque al ser menor de 90° están correlacionadas fuertemente.

Los sólidos en suspensión del influente están fuertemente correlacionados con la DQO y DBO₅ del influente, incluso algo más con la DBO₅. La temperatura tiene una influencia importante en los parámetros de diseño, pero no es el parámetro dominante de acuerdo a los datos experimentales, aunque debe tenerse en cuenta.

Luego la eficiencia está altamente influenciada por los sólidos en suspensión en el licor mezcla (MLSS) y el tiempo de retención hidráulico. Para ver de una forma más clara el aumento en la eficiencia en la transferencia de oxígeno al aumentar el tiempo de retención hidráulico se representa en la Figura 240 los alfafactor para cada caso en función de los sólidos en suspensión

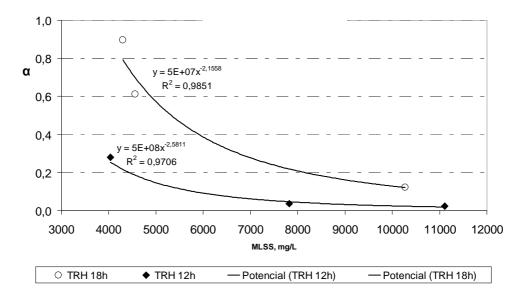


Figura 240. Comparación entre alfa-factor frente a los sólidos en suspensión en el licor mezcla (MLSS) a tiempos de retención hidráulico de 18 y 12 horas usando oxígeno puro.

Para estudiar la influencia del tiempo de retención hidráulico en la eficiencia se compararon los puntos de máxima correlación a sólidos en suspensión en el licor mezcla próximos (4.300 mg/L para 18 h de TRH y 4.017 mg/L para 12 h de TRH) donde el factor multiplicador en la eficiencia al trabajar a 18 horas en vez de 12 horas es del 1,2. Este incremento de eficiencia se hace mayor conforme aumentan los sólidos en suspensión en el licor mezcla ya que para el caso de mayores concentraciones (10.275 mg/L para 18 h de TRH y 11.192 mg/L para 12 h de TRH) la eficiencia se vio incrementada por un factor multiplicador del 4,5. Por las figuras se puede ver la alta influencia de los sólidos en suspensión del licor mezcla siendo la mejor correlación la potencial.

Para estudiar la eficiencia de los sólidos en suspensión en el licor mezcla se operó de la forma contraria, se estudió el incremento en la eficiencia a igual tiempo de retención hidráulico. Estos puntos fueron 4.300, mg/L frente 4.017 mg/L y 10.275 mg/L frente 11.192 mg/L. La eficiencia en términos de alfa-factor se vio incrementada por un factor multiplicador del 4,0 cuando los MLSS descendieron del 10.275 mg/L a 4.300 mg/L a 18 horas de TRH. Dicha eficiencia en el otro caso se vio incrementada por un factor multiplicador del 11,6 cuando los MLSS descendieron de 11.192 mg/L a 4.017 mg/L a 12 horas de tiempo de retención hidráulico. Estos datos confirman que la eficiencia aumenta en mayor medida a bajos tiempos de retención hidráulico cuando desciende la concentración de sólidos en el licor mezcla.

Estos resultados evidencian la conveniencia de trabajar a altos tiempos de retención hidráulicos, aumentando el rendimiento de aireación al aumentar la concentración de MLSS. Teniendo en cuenta que los costes de operación aumentan conforme aumentan estos parámetros se hace necesario llegar a una solución de compromiso a medias-bajas concentraciones de sólidos en suspensión si se quieren obtener rendimientos de aireación altos. Además, este aumento de la eficiencia es mayor conforme aumenta la concentración de MLSS, luego si se hace necesario trabajar a bajos TRH por la configuración del sistema, la alimentación con oxígeno puro es muy conveniente para la aireación, tanto para hacer frente a cargas contaminantes puntuales como para evitar la ampliación de la instalación inicial.

5.8.9. Influencia del uso de oxígeno o aire en la eficiencia de aireación.

Para la cuantificación en la mejora de la eficiencia usando oxígeno puro o aire se modificó la planta experimental para poder utilizar aire para aportar las condiciones óxicas al sistema. Esta modificación se hizo después del experimento 3, por lo que todos los datos comparativos estarán referidos a un tiempo de retención hidráulico de 12 horas.

En la Figura 241 se encuentran representados los alfa-factor con respecto a los sólidos en suspensión en el licor mezcla cuando se usó oxígeno puro o aire para aportar oxígeno al medio. Por la figura se puede ya preveer que la eficiencia en igualdad de condiciones utilizando oxígeno puro se ve fuertemente incrementada en comparación con el uso de aire.

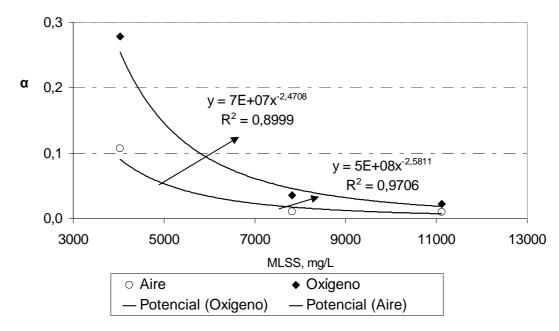


Figura 241. Comparación entre alfa-factor frente a los sólidos en suspensión en el licor mezcla (MLSS) a tiempos de retención hidráulico de 12 horas usando oxígeno puro y aire.

En la Tabla 43 se encuentran los valores de aumento de la eficiencia en la aireación en forma de alfa-factor. De dicha tabla se desprende que el aumento de eficiencia se hace mayor a concentraciones de sólidos en suspensión en el licor mezcla intermedios donde el factor multiplicador es del 3,2 a unos sólidos en suspensión en el licor mezcla de 7.873 mg/L Este hecho ahonda más en la conveniencia de operar a concentraciones de sólidos en suspensión intermedios.

Tabla 43. Estudio comparativo de los alfa-factor para los experimentos cuatro, cinco y seis cuando se usó oxígeno puro y aire para suministrar las condiciones óxicas al sistema.

Experimento	MLSS, mg/L	Alfa-factor,	Alfa-factor,	Factor
		oxígeno	aire	multiplicador
EXP 4	4.017	0,2787	0,1070	2,6
EXP 5	7.873	0,0355	0,0109	3,2
EXP 6	11.192	0,0221	0,0102	2,2

Según los datos obtenidos se obtuvo un aumento en la eficiencia de aireación en térmnos de alfa-factor cuando la concentración de MLSS fue de 4.017-11.192 mg/L de 0,0102-0,1070 cuando se usó aire para aportar las condiciones óxicas al sistema a 0,0221-0,2787 cuando se usó oxígeno puro. Estos datos demuestran que el rendimiento usando aire con respecto a usar oxígeno puro, es del 38,4% para el experimento 4, 30,7% para el experimento 5 y 46,1% para el experimento 6.

Luego se puede concluir que se obtuvo una mejora en el rendimiento de aireación del sistema usando oxígeno puro para aportar las condiciones óxicas al sistema de dos a tres veces la obtenida usando aire, dejando constancia de la conveniencia de usar oxígeno puro atendiendo al incremento de eficiencia.



6. CONCLUSIONES

Mediante la investigación realizada en la presente Tesis Doctoral, en la que se ha trabajado con biorreactores de membrana y se ha empleado oxígeno puro y aire para administrar las condiciones óxicas al sistema, con concentraciones de sólidos en suspensión en el licor mezcla entre 4.017 mg/L y 11.192 mg/L y con tiempo de retención hidráulico de 12 y 18 horas, correspondiendo tiempo de retención celular entre 14 y 149 días. Durante el tiempo de trabajo las temperaturas oscilaron entre 13 y 26°C.

Las conclusiones que se obtuvieron son:

- 1. La viscosidad y los sólidos en suspensión en el licor mezcla tienen una correlación exponencial El aumento de la viscosidad influye negativamente en el comportamiento de las membranas, pues la recuperación de éstas es menor después del contralavado y de la limpieza química, pasando de un porcentaje de recuperación del 66,6% al 25,3% en el caso del contralavado y del 69,7% al 47,2% en el caso de la limpieza química, cuando la viscosidad aumenta del 5,1 al 18,8 Cps.
- 2. El uso de oxígeno puro para aportar las condiciones óxicas al sistema amortigua el efecto de la influencia de los sólidos en suspensión en el licor mezcla. En éstas condiciones se consigue un mayor rendimiento de eliminación de la DBO₅ y de la DQO que con aire.
- Con semejantes sólidos en suspensión en el licor mezcla la disminución del tiempo de retención hidráulico hace disminuir notablemente los rendimientos de eliminación de materia orgánica sin atender a la temperatura ni TRC.
- 4. Las condiciones idóneas de trabajo se puede conseguir con un bajo tiempo de retención hidráulico por motivos de costes constructivos y de explotación, y con concentraciones de sólidos en suspensión en el licor mezcla en torno a los 7.500

mg/L, para alargar la vida útil de las membranas y minimizar los costes de aireación

- 5. El estudio microbiológico, nos confirma el buen funcionamiento de las membranas de ultrafiltración, ya que la eliminación del *E. coli* fue casi del 100%, lo mismo se puede decir de las bacterias heterótrofas.
- 6. En contra de la información técnica suministrada por el fabricante el tiempo efectivo de uso de la membrana fue de seis años al apreciarse una baja recuperación en la la limpieza de la membrana después de dicho tiempo de operación.
- 7. El incremento de temperatura es directamente proporcional al rendimiento de fango eliminado ya que afecta de forma exponencial al tiempo de retención celular lo que se ratifica en que el aumento del tiempo de retención celular consigue una mayor digestión de fangos.
- 8. La diferencia del tiempo de retención celular real y el calculado se ajustan bastante bien hasta tiempo de retención celular medios donde dicha diferencia aumenta, es decir, el cálculo del fango producido a tiempo de retención celular altos se desvía del procedimiento de cálculo debido al efecto de la temperatura.
- 9. El aporte de oxígeno puro produce un rendimiento en la digestión del fango, del 10% superior que en el caso de suministro de aire en las condiciones estudiadas, lo que nos indica que los volátiles se reducen en torno al 75%; esta es sin duda la gran ventaja del sistema, que no solo produce un 10% menos de fangos, sino que está mas estabilizado.
- 10. En relación al comportamiento cinético del sistema biológico el aumento de la concentración de sólidos en suspensión en el licor mezcla desembocó en una disminución de la velocidad de consumo de sustrato del sistema, debido a la pérdida de rendimiento aparejada al aumento de la competencia microbiana, apareciendo ésta a partir de 4.000 mg/L, hasta aproximadamente los 7.500 mg/L,

superando este valor la competencia microbiana es mayor que cualquier tipo de beneficio en los rendimientos de eliminación de materia orgánica.

- 11. El rendimiento de desnitrificación en las condiciones estudiadas (sólidos en suspensión en el licor mezcla 4.017-11.192 mg/L, tiempo de retención hidráulico 12-18 horas) disminuyó conforme aumentó la concentración de MLSS del sistema. Este rendimiento siempre fue mayor usando oxígeno puro para aportar las condiciones óxicas al sistema, debido al mayor gradiente de oxígeno creado en el biorreactor.
- 12. En relación a la capacidad de aireación del sistema el parámetro que mayor influencia mostró en la eficiencia de aireación del proceso fue la viscosidad (directamente proporcional a lo sólidos en suspensión volátiles) seguido del tiempo de retención hidráulico. La eficiencia de aireación del proceso fue menor conforme aumentaron la viscosidad (los sólidos en suspensión volátiles en el licor mezcla) y conforme disminuyó el tiempo de retención hidráulico, interesa trabajar en concentraciones de viscosidad lo más bajas posibles para evitar sobrecostes en la aireación del sistema, a partir de viscosidades de 5,1 Cps en las condiciones de operación estudiadas se obtenían altos rendimientos de eliminación de materia orgánica, cumpliendo con la legislación vigente.
- 13. Se obtuvo una mejora en el rendimiento de aireación del sistema usando oxígeno puro para aportar las condiciones óxicas al sistema, cuando la concentración de solidos en suspensión en el licor mezcla fue de 4.017-11.192 mg/L se obtuvo un alfa-factor de 0,0102-0,1070 cuando se usó aire para aportar las condiciones óxicas al sistema, y 0,0221-0,2787 cuando se usó oxígeno puro, es decir, que el rendimiento al usar aire con respecto a oxígeno puro es del 30,7-46%, es decir, que usando oxígeno puro el factor multiplicador es 2,2-3,2, dejando constancia de las mejoras en la capacidad de aireación del sistema antendiendo al incremento de eficiencia.



7. LÍNEAS FUTURAS DE INVESTIGACIÓN

Después de hacer un estudio de las necesidades de investigación en el campo de los biorreactores de membrana se proponen las siguientes líneas de investigación:

- 1. Realizar el estudio a distintas alturas ya que las plantas depuradoras disponen de unos cuatro metros y las realizadas en esta investigación está entorno a los dos metros, a fin de ajustar mejor los valores a situaciones reales.
- 2. Los datos obtenidos se obtuvieron a temperaturas extremas algunas de ellos, se hace necesario investigar a temperaturas de operación normales para que la temperatura no sea una variable significativa en el sistema para ajustar los valores a condiciones normales de operación.
- 3. Trabajar a menores tiempos de retención hidráulico (de 6 a 4 horas), es decir, a mayores caudales, para alejarnos de la parte asintótica de eliminación de nutrientes.
- 4. Puede ser altamente interesante estudiar el uso de relleno para facilitar la fijación del microorganismo y, por tanto, facilitar el tratamiento de aguas residuales por aumento de la cantidad de microorganismos presentes.
- 5. Otra línea puede ser el estudio de costes a altura real de operación y mayor escala del sistema para ver si compensa un mayor coste en la utilización de oxígeno puro frente al uso de aire.





8. ESTUDIO BIBLIOGRÁFICO

Aprovechando la experiencia del Grupo de Investigación MITA sobre los Reactores de Membrana Sumergidas se han usado las siguientes fuentes:

- APHA, AWWA, WEF, (1992) Standard Methods for the examination of water and wastewater, 18th ed., American Public Health Association, Washington, DC.
- Abbassi B., Dullstein S. Rabiger N. (1999). Minimization of excess sludge production by increase of oxygen concentration in activated sludge flocs; experimental and theoretical approach. *Water Research*, 34 (1), 139-146.
- Al-Amri, A., Salim, M.R., Aris, A., (2010). The effect of different temperaturas and fluxes on the performance of membrane bioreactor treating synthetic-municipal wastewater. *Desalination*, 259, 111-119.
- Arrojo, B.; Mosquetera-Corra, A.; Garrido, J.M.; Méndez, R.; Ficara, E.; Malpei, F. A.
 (2005) Membrane coupled to a sequencing bath reactor for water reuse and removal of coliform bacteria, *Desalination*, 179, 109-116.
- Artiga P., Carballa M., Garrido J.M., Méndez R. (2007) Treatment of winery wastewaters in a membrane submerged bioreactor. Water Science and Technology, 56 (2), 63-69.
- AWWARF, LE, WRCSA, (2001), Tratamiento del agua por procesos de membrana, principios, procesos y aplicaciones. Edit. Mc Graw Hill.
- Badino A. C. Jr, Facciotti M. C. R., Schmidell W. (2001) Volumetric oxygen transfer coefficients (k_La) in batch cultivations involving non-Newtonian broths. *Biochemical Engineering Journal*, 8, 111-119.

- Baek, S., Jeon, S., Pagilla, K., (2009). Mathematical modelling of aerobic membrane bioreactor (MBR) using activated sludge model no. 1 (ASM1) *Journal of Industrial Engineering Chemistry*. 15.
- Banu J.R., Uan, D.K., Kaliappan S., Yeom I.T., (2011). Effect of sludge pre-treatment on the performance of anaerobic/anoxic membrane bioreactor treating domestic wastewater. *Journal of Environ Science Technology*, 8(2), 281-290.
- Bewtra, J.K.; Nicholas, W.R.; Polkowski, L.B. (1970) Effect of the temperature on oxygen transfer in water. *Water research*, 4, 115-123.
- Bienati B., Bottino A., Capannelli G., Comite A. (2008). Characterization and performance of different types of hollow fibre membranes in a laboratory-scale MBR for the treatment of industrial wastewater. *Desalination*, 231, 133-140.
- Bitton, G. (1994) Wastewater Microbiology, Wiley-Liss. New York.
- Bolzonella, D., Fatone, F., Pavan, P., Cecchi, F. (2010) Application of a membrane bioreactor for winery wastewater treatment. *Water Science and Technology*. 62 (12), 2754–2759.
- Bouhabila, E. H.; Aïm, R. B.; Buisson, H. (2001) Fouling characterisation in membrane bioreactors, *Separation and Purification Technology*, 22-23, 123–132.
- Bracklow, U., Drews, A., Gnirss, G., Klamm, S., Lesjean, B., Stüber, J., Barjenbruch, M., Kraume, M. (2010) Influence of sludge loacings and types of substrates on nutrients removal in MBTs, *Desalination*, 250, 734–739.
- Brooks, B.D. (2002) Estado del arte sobre el tratamiento biológico para los residuales de Punta Periquillo I. Digestión Aerobia. *Ingeniería Hidráulica y Ambiental*. 23 (1), 29-33.

 Brouwer, H., Klapwijk, A., Keesman, K.J., (1998). Identification of activated sludge and wastewater characteristics using respirometric batch-experiments. *Water Research*, 32 (4), 1240–1254.

- Buisson, H.; Côte, P.; Praderie, M. and Paillard, H. (1998) The use of immersed membranes for upgrading wastewater treatment plants, *Water Science and Technology*, 37(9), 89-95.
- Cabeza R., Bargalló J., Crespi M., (2005) Mejora de la eficiencia de operación de plantas depuradoras biológicas de efluentes industriales mediante la utilización de oxígeno puro. *Tecnología del agua*, 267, 42-50.
- Canziani, R., Emondib, V., Garavaglia, M., Malpei, F., Pasinetti, E., Buttiglieri, G.
 (2006) Effect of oxygen concentration on biological nitrification and microbial kinetics in a cross-flow membrane bioreactor (MBR) and moving-bed biofilm reactor (MBBR) treating old landfill leachate. *Journal of Membrane Science*, 286, 202–212.
- Chandran, K., Smets, B., (2001). Estimating biomass yield coefficients for autotrophic ammonia and nitrite oxidation from batch respirograms. *Water Research*, 35 (13), 3153-3156.
- Chang, I.S., Gander, M., Jefferson, B., and Judd, S.J. (1999) Low-Cost Membranes for Use in a Submerged MBR. Process Safety and Environmental Protection: Transactions of the Institution of Chemical Engineers, 79 (3), 183-188.
- Chang I. S., Lee C. H., Ahn K. H. (2000) Membrane Filtration Characteristics in Membrane-Coupled Activated Sludge System: The Effect of Floc Structure on Membrane Fouling. Separation Science and Technology, 3(9), 1743-1758.
- Chang, I.S.; Le Clech, P.; Jefferson, B. and Judd, S. (2002) Membrane fouling in membrane bioreactor for wastewater treatment, *Journal of environmental engineering*, 128, 11, 1018-1028.

• Chatellier P., Audic J. M. (2001). Mass balance for on-line αk_La estimation in activated

sludge oxidation ditch. Water Science and Technology, 44 (2-3), 197-202.

Published by ASCE.

- Chow, B.; Roberts, P. Halogenated organics production in sewage disinfection with chlorine dioxide and chloride. (1979) Presented at the National Conference On Environmental Engineering Processes. July 9-11 th. San Francisco, California, USA.
- Chu L., Yan S., Xing X., Sun X., Jurcik B., (2009). Progress and perspectives of sludge ozonation as a powerful pre-treatment method for minimization of excess sludge production. *Water Research*, 43, 1811-1822.
- Cicek, N.; Winnen, H.; Suidan, M.T.; Wrenn, B.E.; Urbain, V. and Manem, J. (1998) Effectiveness of the membrane bioreactor in the biodegradation of high molecular weight compounds, *Water Research*, 32, 1553-1563.
- COIACC [Colegio Oficial de Ingenieros Agrónomos de Centro y Canarias].
 Tecnologías y Servicios Agrarios, S. A. (eds.) (1993) . Tratamiento de aguas resiudales, basuras y escombros en el ámbito rural. Editorial Agrícola Española, S.A, Madrid.
- Cooper, W.J.; Villate, J.T.; Oh, E.M.; Slifker, R.A.; Parsons, F.Z.; Graves, G.A. (1986)
 Formation of organohalogen compounds in chlorited secondary wastewater effluent.
 Procedings Of The Fifth Conference On Water Chlorination. Chemistry, Environmental Impact And Health Effects.
- Cornel P., Wagner M., Krause S. (2003). Investigation of oxygen transfer rates in full scale membrane bioreactors. *Water Science and Technology*, 47 (11), 313-319.
- Côté, P.; Buisson, H.; Pound, C. and Arakaki, G. (1997). Immersed membrane activated sludge for the reuse of municipal wastewater. *Desalination*, 113(2-3): 189-196.,

- Côté, P.; Masini, M.; Mourato, D. (2004) Comparate of Membrane options for water reuse and reclamation. *Desalination*, 167, 1-11.
- Çokgör, E., Ubay, Sözen, S., Insel, G., Orhon, D., (2009). Respirometric evaluation of biodegradation characteristics of dairy wastewater for organic carbon removal. Environmental Science Technology, 30(11), 1169–1176.
- De Lucas, A., Cañiñares, P., Rodríguez, L., Villaseñor, J., (2000). Respirometric determination of the readily biodegradable cod produced in the anaerobic stage of a biological phosphorus renoval process. *Journal of Environmental Science and Health*, Part A, 35 (1), 49–64.
- Defrance, L. and Jaffrin, M.Y. (1999) Comparison between filtrations at fixed transmembrane pressure and fixed permeate flux: application to a membrane bioreactor used for wastewater treatment, *Journal of Membrane Science*, 152, 203-210.
- Defrance, L.; Jaffrin, M.Y.; Gupta, B.; Paullier, P.; Geaugey, V. (2000) Contribution
 of various constituents of activated sludge to membrane bioreactor fouling,
 Bioresource Technology, 73, 105-112.
- Di Bella G., Durante F., Torregrossa M., Viviani G., Mercurio P., Cicala A. (2007) The role of fouling mechanisms in a membrane bioreactor. *Water Science and Technology*, 55 (8-9), 455-464.
- Damayanti, Z. Ujang, M.R. Salim, G. Olsson, A.Z. Sulaiman, (2010) Respirometric analysis of activated sludge models from palm oil mill effluent. *Bioresource Technology*, 101, 144–149.
- Farahbakhsh, K., Smith, D.W., (2004). Removal of coliphages in secondary effluent by microfiltration – mechanisms of removal and impact of operating parameters. Water Research, 38, 585–592.

• Ferrai, M., Guglielmi, G., Andreottola, G., (2010). Modelling respirometric tests for the assessment of kinetic and stoichiometric parameters on MBBR biofilm for

municipal wastewater treatment. Environmental Modelling and Software, 25, 626–632.

- Field, R.W.; Wu, D.; Howell, J.A. and Gupta, B.B. (1995) Critical flux concept for microfiltration fouling, *Journal of membrane Science*, 100, 259-272.
- Fujie K. Hu H., Ikeda Y., Urano K. (1992). Gas-Liquid Oxygen Transfer Characteristics in an Aerobic Submerged Biofilter for the Wastewater Treatment. Chemical Engineering Science, 47 (13-14), 3745-3752.
- Gander, M.; Jefferson, B. and Judd, S. (2000a) Aerobic MBRs for domestic wastewater treatment: a review with cost considerations. Separation and Purification Technology, 18, 119–130.
- Gander, M.A.; Jefferson, B. And Judd, S.J. (2000b) Membrane bioreactors for use in small wastewater treatment plants: membrane materials and effluent quality. *Water Science and Technology*, 41, 205-211.
- García, J.J. Tesis doctoral Influencia de los procesos biológicos de depuración en la distribución y tamaño de partículas en tratamientos de aguas residuales urbanas.(2010)
 Departamento de Ingeniería Civil, Instituto del Agua, Universidad de Granada.
- García-Ochoa F., Castro E. G., Santos V. E. (2000). Oxygen transfer and uptake rates during xanthan gum production. *Enzyme and Microbial Technology*, 27, 680-690.
- Germain, E., Stephenson, T., Pearche, P., (2005). Biomass characteristics and membrane aeration; toward a better understanding of membrane fouling in submerged membrane bioreactors; their interrelations explained by a review of aerobic biological processes. Reviews in Environmental Science and Biotechnology, 4, 223–233.

- Germain E., Stephenson T. (2007a). Biomass characteristics, aeration and oxygen transfer in membrane bioreactors: Their interrelations explained by a review of aerobic biological processes. Reviews in Environmental Science and Biotechnology, 4, 223-233.
- Germain E., Nelles F., Drews A., Pearce P., Kraume M., Reid E., Judd S. J.,
 Stephenson T. (2007b). Biomass effects on oxygen transfer in membrane bioreactors.
 Water Research, 41, 1038-1044.
- Ghyoot, W. and Verstraete, W. (1999) Reduced sludge production in a two-stage membrane-assisted bioreactor, *Water Research*, 34 (1), 205-215.
- Giordano, C.; Pollice, A.; Laera, G.; Saturno, D.; Mininni G. (2007) Influence of solid retention time on the rheology of MBT sludge. Water Science and Technology, 56 (8), 155-159.
- Goma, G., Rols, J.L., Pareilleux, A., (1997). Membrane bioreactors for waste water treatment: reduction of sludge production. Global Environmental biotechnology. D.L. Wise (Ed.) 461-467.
- Gómez Nieto, M. A. y Hontoria García, E. (2003) *Técnicas analíticas en el control de la ingeniería ambiental*. Edit. Universidad de Granada, Granada España.
- Grady Jr., C.P.L., Smets, B.F., Barbeau, D.S., (1996). Variability in Kinetic Parameter Estimates: A Review of Possible Causes and a Proposed Terminology. Water Research, 30, 742–748.
- Grelier P., Rosenberger S., Tazi-Pain A. (2006). Influence of sludge retention time on membrane bioreactor hydraulic performance. *Desalination*, 192, 10-17
- Guglielmi, G., Andreottola, G., (2011). Alternate anoxic/aerobic operation for nitrogen removal in a membrane bioreactor for municipal wastewater treatment. Water Science Technology. 64 (8), 1730-1735.

- Guglielmi G., Chierani D., Saroj D. P., Andreottola G. (2008). Impact of chemical cleaning and air-sparging on the critical and sustainable flux in a flat sheet membrane bioreactor for municipal wastewater treatment. Water Science and Technology. 57 (12), 1873-1879.
- Guibaud, G.; Dollet, P.; Tixier, N.; Dagot, C.; Baudu, M. (2004) Characterisation of the evolution of activated sludges using rheological measurements. *Process Biochemistry*, 39, 1803-1810.
- Guo W. S., Vigneswaran S., Ngo H. H., Xing W. (2008). Comparison of membrane bioreactor systems in wastewater treatment. *Desalination*, 231, 61-70.
- Hasar, H.; Kmaci, C.; Unlü, A. and Ipek, U. (2001) Role of intermittent aeration in domestic wastewater treatment by Submerged membrane activated sludge system. *Desalination*, 142, 287-293.
- He, S., Xueb, G., Wang, B., (2009). Factors affecting simultaneous nitrification and denitrification (SND) and its kinetics model in membrane bioreactor. *Journal of Hazard Material*. 168, 704–710.
- Hebrard G., Destrac P., Roustan M., Huyard A., Audic J. M. (1999). Determination of the water quality correction factor α using a tracer gas method. *Water Research*, 34 (2), 684-689.
- Helle, S., (1999). Thesis: A Respirometric Investigation of the Activated Sludge Treatment of BKME During Steady State and Transient Operating Conditions. University of British Columbia.
- Henkel, J.; Lemac, M.; Wagner, M.; Cornel, P. (2009) Oxygen transfer in membrane bioreactors treating synthetic greywater. *Water research*, 43, 1711-1719.

• Henze, M., Grady Jr., C.P.L., Gujer, W., Marais, G., Matsuo, T., (1986). Activated Sludge Model No. 1 by IAWPRC Task Group on Mathematical Modelling for Design and Operation of Biological Wastewater Treatment. IAWPRC, Londres.

- Henze, M. Grady, C.P.L. Jr; Gujer, W.; Marais, G.v.R. and Matsuo, T. (1987).
 Activated Sludge Model Nº 1, IAWPRC, London.
- Henze, M.; Gujer, W.; Marais, G.v.R. and Matsuo, T. (1995). *Activated Sludge Model No 2*, IAWPRC, London.
- Henze, M., Gujer, W., Mino, T., Matsuo, T., Wentzel, M.C., Marais, G.V.R, Van Loosdrecht, M.C.M., (1999). Activated Sludge Model No.2d, ASM2d. Water Science Technology, 39 (1), 165-182.
- Hernandez, A. (2001). *Depuración y desinfección de aguas residuales*. Colegio de ingenieros de caminos, canales y puertos, colección seinor. Madrid.
- Hong S., Lee W., Oh H., Yeon K., Hwang B., Lee C., Chang I., Lee S. (2007) The Effects of Intermittent Aeration on the Characteristics of Bio-Cake Layers in a Membrane Bioreactor. *Environmental Science and Technology*, 41, 6270-6276.
- Hontoria, E.; Gonzáles, F.J.; Gómez, M.A. y Moreno, B. (2003). Reutilización de las aguas residuales urbanas. Edit. Plácido Granada, España.
- Iranpour, R.; Magallanes, A.; Zermeño, M.; Varsh, V.; Brishamchi, A.; Stenstrom, M.
 (2000) Assessment of aeration basin performance efficiency: Sampling methods and tank coverage. Water Research, 34 (12), 3137-3152
- Jin B., Yu Q., Yan X. Q., Leeuwen H. (2001). Characterization and improvement of oxygen transfer in pilot plant external air-lift bioreactor for mycelial biomass production World. *Journal of Microbiology and biotechnology*, 17, 265-272.

• Judd, S. (2006). The MBR book: Principles and applications of membrane bioreactors in water and wastewater treatment. Edit. Elsevier.

- Judd S. (2007) The status of membrane bioreactor technology. *Trends in biotechnology*, 587, 1-8
- Kang S., Choo K. (2006) Use of submerged microfiltration membranes for glass industry wastewater reclamation: pilot-scale testing and membrane cleaning. *Desalination*, 189, 170-180.
- Khan, S.J., Ilyas, S., Javid, S., Visvanathan, C., Jegatheesan, V. (2011) Performance of suspended and attached growth MBT systems in treating high strength synthetic wastewater. *Bioresource Technology*, 102, 5331–5336.
- Khongnakorn, W.; Wisniewski, C.; Pottier, L.; Vachoud, L. (2007) Physical properties
 of activated sludge in a submerged membrane bioreactor and relation with membrane
 fouling. Separation and Purification Technology, 55, 125-131.
- Kim, J.; Chang, I.; Shin, D.; Park, H. (2008) Membrane fouling control through the change of the depth of a membrane module in a submerged membrane bioreactor for advanced wastewater treatment. *Desalination*, 232, 35-43.
- Klees, R., Silverstein, J., (1992). Improved biological nitrification using recirculation in rotating biological contactors, *Water Science Technology*, 26 (3–4), 545–553.
- Klein J., Rosenberg M., Markos J., Dolgos O., Kroslak M., Kristofikova L. (2002).
 Biotransformation of glucose to gluconic acid by Aspergillus niger study of mass transfer in an airlift bioreactor. *Biochemical Engineering Journal*, 10, 197-205.
- Krampe, J.; Krauth, K. (2003) Oxygen transfer into activated sludge with high MLSS concentrations. *Water Science and Technology*, 47, 11, 297-303.

• Koide, K.; Shibata, K.; Ito, H.; Kim, S.Y.; Ohtaguchi, K. (1992) Gas hold up and Volumetric liquid-phase mass transfer coefficient in a gel-particle suspended bubble column with draught tube. *Journal of Chemical Engineering Japan*, 25, 11–16.

- Lebegue J., Heran M., Grasmick A. (2008) MBR functioning under steady and unsteady state conditions. Impact on performances and membrane fouling dynamics. *Desalination*, 231, 209-218.
- Li J., Li Y., Ohandja D., Yang F., Wong F., Chua H. (2008). Impact of filamentous bacteria on properties of activated sludge and membrane-fouling rate in a submerged MBR. Separation ad Purification Technology, 59, 238-243.
- Lim, B.S., Choi, B.C., Yu, S.W., Lee, C.G., (2007). Effects of operacional parameters on aeration on/off time in an intermittent aeration membrane bioreactor. *Desalination*, 202, 77-82.
- Liu, Y., (1996). Bioenergetic Interpretation on the So/Xo Ration in Substrate-Sufficient Batch Culture. *Water Research*, 30, 2766–2770.
- Lubello C., Caffaz S., Mangini L., Santianni D., Caretti C. (2007) MBR pilot plant for textile wastewater treatment and reuse. *Water Science and Technology*, 55 (10), 115-124.
- Lubello, C., Caffaz, S., Gori, R., Munz, G. (2009). A modified activated sludge model to estimate solids production at low and high solids retention time. *Water research*, 43, 4539-4548.
- Madoni, P.; Davoli, D. and Gibin, G. (1999) Survey of filamentous microorganisms from bulking and foaming activated-sludge plans in italy. Water Research, 34 (6), 1767-1777.

- Mansell, B.; Kuo, J.; Tang, C.; Thompson, S.; Jackson, J.; García, A.; Gabrielian, E.; Horvath, R. and Stahl, J. (2004) Comparison of two membrane bioreactors and an activated sludge plant with dual-media filtration: nutrient and priority pollutants removals. *Conference Proceeding, Annual Technical Exhibition & conference*, 77 th, New Orleans, LA, United States, Oct. 2-6, 608- 620.
- Marti, E., Monclús, H., Jofre, J., Rodríguez-Roda, I., Comas, J., Balcázar, J.L. (2011)
 Removal of microbial indicators from municipal wastewater by a membranebioreactor (MBR). *Bioresource Technology*, 102, 5004–5009.
- Matosic M., Vukovic M., Curlin M., Mijatovic I. (2008) Fouling of a hollow fibre submerged membrane during long-term filtration of activated sludge. *Desalination*, 219, 57-65.
- Melin, T.; Jefferson, B.; Bixio, D.; Thoeye, C.; De Wilde, W.; De Koning, J.; van der Graaf, J. and Wintgens, T. (2006) Membrane bioreactor technology for wastewater treatment and reuse. *Desalination*, 187, 271-282.
- Meng F., Shi B., Yang F., Zhang H., (2007). Effect of hydraulic retention time on membrane fouling and biomass characteristics in submerged membrane bioreactors. *Bioprocess and Biosystem Engineering*, 30, 358-367.
- Metcalf and Eddy, (1995). *Ingeniería de aguas residuales, tratamiento, vertido y reutilización*. Edit. Mc Graw Hill, Tercera edición.
- Miura Y., Watanabe Y., Okabe S. (2007). Membrane Biofouling in Pilot-Scale Membrane Bioreactors (MBRs) Treating Municipal Wastewater: Impact of Biofilm Formation. *Environmental Science and Technology*, 41, 632-638.
- Mohammed T. A. Birima A. H., Noor M. J., Muyibi S. A., Idris A. (2008). Evaluation
 of using membrane bioreactor for treating municipal wastewater at different operating
 conditions. *Desalination*, 221, 502-510.

Molina-Muñoz M., Poyatos J.M., Sánchez-Peinado M., Hontoria E., González-López J., Rodelas B. (2009) Microbial community structure and dynamics in a pilot-scale

submerged membrane bioreactor aerobically treating domestic wastewater under real operation conditions. *Science of Total Environment*, 407, 3994-4003.

- Monclús, H., Sipma, J., Ferrero, G., Rodríguez-Roda, I., Comas, J. (2010) Biological nutrient renoval in an MBR treating municipal wastewater with special focus on biological phosphorus removal. *Bioresource Technology*, 101, 3984–3991.
- Muda, K., Aris, A., Salim, M.R., Ibrahim, Z., Loosdrecht, M.C.M., Ahmad, A., Nawahwi, M.Z., (2011). The effect of hydraulic retention time on granular sludge biomass in treating textile wastewater. *Water Research*, 45, 4711-4721.
- Mueller J., Boyle W., Papel H. (2002): Aeration: Principles and Practice. Volume 11.
 Edit. CRC PRESS.
- Muller, E.B.; Stouthamer, A.H.; Van Verseveld, H.W.; Eikelboom, D.H. (1995)
 Aerobic domestic waste water treatment in a pilot plant with complete sludge retention by cross-flow filtration. *Water Research*, 29 (4), 1179-1189.
- Murat Hocaoglu, S., Insel, G., Ubay Cokgor, E., Orhon, D., (2011). Effect of sludge age on simultaneous nitrification and denitrification in membrane bioreactor. *Bioresource Technology*, 102, 6665–6672.
- Nagaoka, H. (1999) Nitrogen removal by submerged membrane separation activated sludge process, *Water Science and Technology*, 39(8), 107–114.
- Ndinisa, N.V., Fane, A.G., Wiley, D.E., (2006). Fouling control in a submerged flat sheet membrane system: part I bubbling and hydrodynamic effects, Separation Sciences Technology, 41, 1383–1409

- Nieuwenhuijzen A. F., Evenblij H., Uijterlinde C. A., Schulting F. L. (2008) Review on the state of science on membrane bioreactors for municipal wastewater treatment. *Water Science and Technology*, 57 (7), 979-986.
- Ottoson, J., Hansen, A., Björlenius, B., Norder, H., Stenström, T.A., (2006). Removal
 of viruses, parasitic protozoa and microbial indicators in conventional and membrane
 processes in a wastewater pilot plant. Water Research, 40, 1449–1457.
- Ozbek B. Gayik S. (2001). The studies on the oxygen mass transfer coefficient in a bioreactor. *Process Biochemistry*, 36, 729-741.
- Pollice A., Laera G., Saturno D., Giordano C. (2008a). Effects of sludge retention time
 on the performance of a membrane bioreactor treating municipal sewage. *Journal of Membrane Science*, 317, 65-70.
- Pollice A., Laera G., Saturno D., Giordano C., Sandulli R. (2008b) Optimal sludge retention time for a bench scale MBR treating municipal sewage. Water Science and Technology, 57 (3), pp. 319-322.
- Poyatos, J.M. Tesis doctoral Biorreactores de membrana aplicados al tratamiento de aguas residuales urbanas y su influencia en la calidad del agua tratada. (2007)
 Departamento de Ingeniería Civil, Instituto del Agua, Universidad de Granada.
- Poyatos J. M., Molina-Muñoz M., Moreno B., González-López J., Hontoria E. (2007)
 Effect of the mixed liquor suspended solid on permeate in a membrane bioreactor system applied for the treatment of sewage mixed with wastewater of the milk from the dairy industry. *Toxic/Hazardous Substances and Environmental Engineering*, 42, 1005-1012.
- Poyatos, J.M., Molina-Muñoz, M., González-López, J., Hontoria, E. (2010). Particle size Distribution in Permeate from a Pilot-Scale Membrane Bioreactor System under Actual. *Particulate Operating Conditions*, 28(4), 309–318.

Prescott, L. M.; Harley, J.P. and Klein, D. A. (1999) Microbiología. Mc Graw Hill.
 Interamericana. Madrid.

- Raymundo, E.E.; Cárdenas J.L.; (2001) Determinación experimental del coeficiente de transferencia de oxígeno (K_La) en un biorreactor batch. Rev. Per. Quím. Ing. Quím., 4(2), 22-27.
- Real Decreto-Ley 4/2007, de 13 de abril, por el que se modifica el texto refundido de la Ley de Aguas, aprobado por el Real Decreto Legislativo 1/2001, de 20 de julio.
- Ren N., Chen Z., Wang A., Hu D. (2005) Removal of organic pollutants and analysis of MLSS-COD removal relationship at different HRTs in a submerged membrane bioreactor. *International Biodeterioration and Biodegradation*, 55, 279-284.
- Ribes, J., Keesman, K., Spanjers, H., (2004). Modelling anaerobic biomass growth kinetics with a substrate threshold concentration. Water Research, 38, 4502–4510.
- Rodríguez, F.A., Martínez-Toledo, M.V., González-López, J., Hontoria, E., Poyatos, J.M., (2010). Performance of bench-scale membrane bioreactor under real work conditions using pure oxygen: viscosity and oxygen transfer analysis. *Bioprocess and Biosystem Engineering*, 33, 885–892.
- Rodriguez, F.A., Poyatos, J.M., Reboleiro-Rivas, P., Osorio, F., González-López, J., Hontoria, E., (2011). Kinetic study and oxygen transfer efficiency evaluation using respirometric methods in a submerged membrane bioreactor using pure oxygen to supply the aerobic conditions. *Bioresource Technology*, 102, 6013-6018.
- Ronzano, E. y Dapena, J.L. (2002) Tratamiento biológico de las aguas residuales, edit.
 Diaz de Santos. Madrid España.
- Ramalho, R. S. (1999). Tratamiento de aguas residuales. Ed. Reverté, S. A.

Rosenberger, S.; Kruger, U.; Witzig, R.; Manz, W.; Szewzyk, U. and Kraume, M.
 (2002) Performance of a bioreactor with submerged membranes for aerobic treatment of municipal waste water. *Water Research*, 36(2), 413-420.

- Sarioglu, M., Insel, G., Artan, N., Orhon, D., (2009). Model evaluation of simultaneous nitrification and denitrification in a membrane bioreactor operated without an anoxic reactor. *Journal of Membrane Science*. 337, 17-27.
- Saroj D. P., Guglielmi G., Chiarani G., Chiarani D., Andreottola G. (2008). Subcritical fouling behaviour modelling of membrane bioreactors for municipal wastewater treatment: The prediction of the time to reach critical operating condition. *Desalination*, 231, 175-181.
- Schwarz A. O., Rittmann B. E., Crawford G. V., Klein A. M., Daigger G. T. (2006).
 Critical review on the Effects of Mixed Liquor Suspended Solids on Membrane Bioreactor Operation. Separation Science and Tecnology. 41(7), 1489-1511.
- Seco, A., Ribes, J., Serralta, J., Ferrer, J., (2004). biological Nutrient Removal Model No. 1, BNRM1. *Conference on Wastewater Treatment for Nutrient Removal and Reuse*, Thailand.
- Sollfrank, U., Gujer, W., (1991). Characterisation of domestic wastewater for mathematical modelling of the activated sludge process. Water Science Technology, 23, 1057–1066.
- Spanjers, H., Vanrolleghem, P.A., (1995). Respirometry as a tool for rapid characterization of wastewater and activated sludge. *Water Science Technology*, 31(2), 105–114.
- Stenstrom, H.K., Gilbert, R.G. (1981) Effect of alpha, beta and theta factor upon the design, specification and operation of aeration system. *Water Research*. 15, 643-654.

- Stephenson, T., Judd, S., Jefferson B, Brindle K. (2002). *Membrane bioreactor for wastewater treatment*, edit. IWAI Publishing, Cornwall, U.K.
- Su Y. C., Huang C. P., Pan J. R., Lee H. C. (2008). Characteristics of membrane fouling in submerged membrane bioreactor under sub-critical flux operation. *Water Science and Technology*, 57 (4), 601-605.
- Sun D., Loong Khor S., Teck Hay C., Leckie J.O. (2007). Impact of prolonged sludge retention time on the performance of a submerged membrane bioreactor. *Desalination*, 208(1-3), 101-112.
- Suwa, Y., Yamagishi, T., Urushigawa, Y., Hirai, M. (1989) Simultaneous organic carbon removalnitrification by an activated sludge process with crossflow filtration, J. Fermentation Bioeng., 67(2), 119–125.
- Suwa, Y., Suzuki, T., Toyohara, H., Yamagishi T., Urushigawa, Y. (1992) Single-stage, single-sludge nitrogen removal by an activated sludge process with crossflow filtration, Water Res., 26(9), 1149–1157.
- Tazi-pain, A., Shorotter, J.C., Bord., G., Payreaudeau, M, Buisson, H., (2002) Improvement of the BIOSEP® process for industrial and municipal wastewater treatment. Desalination, 146, 439-443.
- Ueda, T., Hata, K., Kikuoka, Y. (1996) Treatment of domestic sewage from rural settlements by a membrane bioreactor, Water Sci. Technol., 34(9), 189–196.
- Van der Roest, H.F., Lawrence, D.P., Van Bentem, A.G.N., (2002) Membrane bioreactors for municipal wastewater treatment, Edit. IWAI Publishing, Cornwall, U.K.
- Vanrolleghem, P., Spanjers, H., (1998). A hybrid respirométric method for more reliable assessment of activated sludge model parameter. Water Science and Technology, 37(12), 237–246.

• Verrecht, B., Judd, S., Guglielmi, G., Brepols, C., Mulder, J.W., (2008). An aeration

energy model for an immersed membrane bioreactor. Water Research, 42, 4761-4770.

• Wang X., Li X., Huang X. (2006). Membrane fouling in a submerged membrane bioreactor (SMBR): Characterisation of the sludge cake and its high filtration resistance. *Separation and Purification Technology*, 52, 439-445.

- Wei, Y., Van Houten, R.T., Borger, A.R., Eikelboom, D.H. and Fan, Y. (2003)
 Minimization of excess sludge production for biological wastewater treatment. Water Research, 37, 4453-4467.
- Winkler, M. A. (1999). Tratamiento biológico de aguas de desecho. Ed. Limusa.
- Wintgens T., Rosen J., Melin T., Brepols C., Drensla K., Engelhardt N. (2003)
 Modelling of a membrane bioreactor system for municipal wastewater treatment.
 Journal of Membrane Science, 216, 55-65.
- Wong, K., Xagoraraki, I., Wallace, J., Bickert, W., Srinivasan, S., Rose, J.B., (2009).
 Removal of viruses and indicators by anaerobic membrane bioreactor treating animal waste. J. Environ. Qual. 38, 1694–1699.
- Wu Z., Wang Z., Huang S., Mai S., Yang C., Wang X., Zhou Z. (2008). Effects of various factors on critical flux in submerged membrane bioreactors for municipal wastewater treatment. *Separation and Purification Technology*, 62, 56-63.
- Wen X., Ding H., Huang X., Liu R. (2004). Treatment of hospital wastewater using a submerged membrane bioreactor. *Process Biochemistry*, 39, 1427-1431.
- Xing, C.H.; Tardieu, E.; Qian, Y.; Wen, X.H. (2000) Ultrafiltration membrane bioreactor for urban wastewater reclamation, *Journal of Membrane Science*, 177(1-2), 73-82.

- Xing, C.H., Wen, X.H., Qian, Y., and Tardieu, E. (2001) Microfiltration-Membrane-Coupled Bioreactor for Urban Wastewater Reclamation. *Desalination*, 141 (1), 63-73.
- Yeom, I.T., Nah Y.M., Ahn, K.H. (1999) Treatment of household wastewater using an intermittently aerated membrane bioreactor. *Desalination*, 124, 193–204
- Yigit N. O., Harman I., Civelekoglu G., Koseoglu H., Cicek N., Kitis M. (2008).
 Membrane fouling in a pilot-scale submerged membrane bioreactor operated under various conditions. *Desalination*, 231, 124-132.
- Kimura, Y., Isaka, K., Kazama, F., (2011). Effects of inorganic carbon limitation on anaerobic ammonium oxidation (anammox) activity. *Bioresource Technology*, 102, 4390-4394.
- Zanetti, F., De Luca, G., Sacchetti, R., (2010). Performance of a full-scale membrane bioreactor system in treating municipal wastewater for reuse purposes. *Bioresource Technology*, 101, 3768–3771.
- Zupančič, G.D., Roš, M., (2008). Aerobic and two-stage anaerobic-aerobic sludge digestion with pure oxygen and air aeration. *Bioresource Technology*, 99, 100-109.



9. PRODUCCIÓN CIENTÍFICA

Fruto del trabajo realizado en la presente Tesis Doctoral se han publicado los siguientes trabajos indexados en revistas de especial relevancia internacional:

- Rodríguez, F.A., Martínez-Toledo, M.V., González-López, J., Hontoria, E., Poyatos, J.M., (2010). Performance of bench-scale membrane bioreactor under real work conditions using pure oxygen: viscosity and oxygen transfer analysis. *Bioprocess and Biosystem Engineering*, 33, 885–892.
- Rodríguez, F.A., Poyatos, J.M., Reboleiro-Rivas, P., Osorio, F., González-López, J., Hontoria, E., (2011). Kinetic study and oxygen transfer efficiency evaluation using respirometric methods in a submerged membrane bioreactor using pure oxygen to supply the aerobic conditions. *Bioresource Technology*, 102, 6013-6018.
- Rodríguez, F.A., Reboleiro-Rivas, P., Osorio, F., Martínez-Toledo, M.V., Hontoria, E., Poyatos, J.M., (2012). Influence of mixed liquid suspended solids and hydraulic retention time on oxygen transfer efficiency and viscosity in a submerged membrane biorreactor using pure oxygen to supply aerobic conditions. *Biochemical Engineering Journal*, 60, 135-141.
- Rodríguez, F.A., Reboleiro-Rivas, P., González-López, J., Hontoria, E., Poyatos, J.M.,
 (2012). Comparative study of the use of pure oxygen and air in the nitrification of a
 MBR system used for wastewater treatment. *Bioresource Technology*, 121, 205-211.